

附件 3

《固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法（征求意见稿）》 编制说明

《固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法》
标准编制组

二〇二〇年一月

项目名称：《固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法》

项目统一编号：2016-29

承担单位：湖南省生态环境监测中心、湖南大学

编制组主要成员：潘海婷、龙雯琪、朱日龙、朱瑞瑞、陈燕、谢沙、李憬然、林海兰、左锐、刘艳菊、童若辉、田耘、李建钊、魏凤

标准所技术管理负责人：李琴、朱静

监测司项目负责人：李江、孙娟

目 录

1 项目背景	1
1.1 任务来源	1
1.2 工作过程	1
2 标准制修订的必要性分析.....	3
2.1 固体废物水分的概念.....	3
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	6
3 国内外相关分析方法研究.....	11
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	11
3.2 国内相关分析方法研究.....	12
3.3 文献中相关方法研究.....	15
3.4 与本标准方法的关系.....	16
4 标准制订的基本原则和技术路线.....	16
4.1 标准制订的基本原则.....	16
4.2 标准制订的技术路线.....	16
5 方法研究报告	18
5.1 方法研究的目标.....	18
5.2 方法原理	18
5.3 仪器和设备	18
5.4 样品	18
5.5 分析步骤	20
5.6 结果计算	30
6 方法验证	31
6.1 方法验证方案.....	31
6.2 方法验证过程.....	32
6.3 方法验证结论.....	33
7 参考文献	33
附录：方法验证报告	36

《固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

2016年原环境保护部办公厅下发《关于开展2016年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办科技函〔2016〕633号），下达了《固体废物 含水率的测定 重量法》标准制订任务，项目统一编号为：2016-29。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2016年4月任务下达后，项目承担单位立即成立了标准编制组，由项目负责人担任编制组组长，集合湖南省生态环境监测中心、湖南大学相关骨干人员，对该项目进行人员分配和责任分工，并完成了任务书和合同书的填报。编制组成员中包括有分析工作经验和标准修制订工作经验的同志。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2016年5月~8月，根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》的相关规定，检索、查询和收集国内外相关标准和文献资料，并根据国内相关质量标准，对目前水分含量测定的分析方法、研究进展以及存在问题进行归纳和总结。在整理借鉴的基础上，对方法中涉及的样品归类、样品处理、恒重条件、称样量、干燥时间等主要内容进行了初步的研究和探讨，确定了本标准方法的基本原则和技术路线。

1.2.3 样品采集

2016年8月~9月，根据固体废物的分类及湖南省辖区内国控重点企业的种类选取了3种生活垃圾固废和7种工业固体废物（其中4种属于危险废物），涵盖工业污水处理、城市污水处理、垃圾焚烧、石化、冶炼、食品、电镀、造纸等行业，分布在湖南湘潭、岳阳、郴州、衡阳等城市。编制组组织有经验的同志严格按照《工业固体废物采样制样技术规范》进行了固体废物样品的采集工作。

1.2.4 编写开题论证报告

2016年10月~2017年2月，标准编制组开展了烘箱干燥法、微波干燥法和红外干燥法三种加热方式的参数条件筛选研究，确定方法的恒重概念、称样量和干燥时间，并对三种方法的可比性进行了对比实验，初步验证方法的精密度，最后在此基础上编写了开题论证报告及标准文本草案。

1.2.5 召开开题论证会

2017年2月24日由原环境保护部环境监测司组织在北京召开本标准制订项目开题论证

会，经专家讨论认为本标准适用范围、主要内容及编制标准的技术路线可行，确定了本标准的制订方案、技术路线和制订原则。开题专家组提出的具体修改意见和建议如下：

- (1) 标准名称改为《固体废物水分和干物质含量的测定重量法》；
- (2) 根据固体废物的特性及分析目的，选择合适的样品制备方法；
- (3) 选择有代表性不同含水率的固体废物样品进行方法验证，仅统计实验室内的精密度；
- (4) 按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函〔2009〕10号)的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

开题论证会后，编制组根据专家建议，将标准名称改为《固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法》。进一步明确了样品的制备方法，选择出有代表性、不同水分含量的固体废物样品开展方法验证工作，明确了本标准的验证数据仅统计实验室内的精密度。

1.2.6 优化条件，建立标准方法

2017年3月~10月，编制组在查询资料、探索性实验、技术研讨和专家论证意见的基础上，进一步修改和完善了实验方案，并开展实验研究。形成了标准草案及方法验证方案。

1.2.7 方法验证

2017年11月-2018年1月，组织8家有资质的实验室进行方法验证。分别为北京市环境保护监测中心、天津市环境监测中心、江西省环境监测中心站、广西壮族自治区环境监测中心站、环境保护部华南环境科学研究所、河南济源市环境监测站、广电计量检测(湖南)有限公司和湖南正信检测技术有限公司。其中江西省环境监测中心站仅用微波干燥法进行验证；北京市环境保护监测中心采用微波干燥法和烘箱法进行验证；广西壮族自治区环境监测中心站采用红外干燥法和烘箱法进行验证；其余单位均只验证了烘箱干燥法。本次验证统一派发3种不同水分含量的实际样品，分别为湘乡某工业园污水处理厂工业污泥(水分含量约68%)、某污水处理厂生活污水污泥(水分含量约85%)和衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣(水分含量约8%)。2018年2月收回全部数据及验证报告。编制组分析方法验证数据，形成标准文本和编制说明征求意见稿。

1.2.8 组织专家研讨会

2018年5月，在北京组织了一次专家研讨会，会上专家对目前形成的标准草案和标准编制说明提出相关修改意见和建议。研讨会专家组形成具体意见如下：

- (1) 编制说明中进一步明确环境管理的要求和本标准的适用范围；
- (2) 同意保留三种干燥方法；
- (3) 在实验室内进一步通过典型固废样品精密度数据确认质量控制精密度指标的可行性；

- (4) 对于不均匀的固废样品，可以考虑多次取样，取平均值作为测定结果；
- (5) 根据实验数据确定前后两次称重差值的控制指标。

2018年5-10月，编制组根据专家意见和建议补充查阅、收集了一系列资料文献，明确了环境管理中控制标准、分析标准等对于固体废物水分含量的要求，确定了本标准的适用范围；保留对三种干燥方法的研究；补充采集了焚烧废渣、飞灰等典型固体废物样品，并补充了方法性能指标精密度的验证实验；查阅有关恒重概念的文献、资料，补充了烘箱干燥法恒重条件的研究实验，确定本标准烘箱干燥法采用的恒重条件；最后对标准文本和编制说明进行了修改和完善。

1.2.9 形成标准方法文本和编制说明的征求意见稿

2018年10-12月，形成标准文本征求意见稿和编制说明。2019年初提交标准文本征求意见稿及编制说明。

1.2.10 召开标准征求意见稿技术审查会及提请公开征求意见

2019年8月1日，在北京召开标准征求意见稿技术审查会议，审查委员会通过本标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

- (1) 取样量和恒重的条件应尽量与 HJ 299 等固体废物相关标准衔接；
- (2) 在仪器设备中增加微波干燥法和红外干燥法天平感量，微波干燥法和红外干燥法分析步骤分开描述；
- (3) 对于微波干燥法和红外干燥法，样品至少测定 3 次，取平均值；
- (4) 结果表示中测定结果保留至整数位，测定结果小于 1% 时以“<1%”表述；
- (5) 完善质量控制与质量保证的表述，规范精密度的有效数字位数。

2019年8-9月编制组根据专家意见，完善了标准文本征求意见稿和编制说明，并提请公开征求意见。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 固体废物水分的概念

2.1.1 固体废物的定义

《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》中对固体废物的定义为：在生产、生活和其他活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质以及法律、行政法规规定纳入固体废物管理的物品、物质态废弃物。我国环境保护标准《环境工程 名词术语》(HJ2016-2012)中即引用该定义。

《美国资源保护与再生法》将固体废物定义为任何垃圾，废料，废物处理厂、给水处理厂、空气污染控制设施产生的污泥以及其他废弃材料，包括产生于工业、商业、采矿业和农业生产以及社会活动的固体、液体、半固体或装在容器内的气体材料，但是不包括市政污水或灌溉水和满足排放要求的点源工业排放废水中的固态或溶解态材料，以及根据原子能法定

义的核材料和副产品。

《日本废弃物处理及清扫法》将固体废物定义为垃圾、粗大垃圾、燃烧灰、污泥、粪便、废油、废酸、废碱、动物尸体以及其他污染物和废料，包括固态和液态物质（不包括放射性物质和被放射性污染的物质）；也有将固体废物定义为人类在生产建设、日常生活和其他活动产生的，在一定时间和地点无法利用而被丢弃的污染环境的固体、半固体废弃物质。

为方便管理，本标准引用《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》中对固体废物的定义。

2.1.2 固体废物的水分等相关名词术语定义

《中华人民共和国国家计量技术规范：湿度与水分计量名词术语及定义》（JJF1012-2007）中，相关水分等概念的定义如下：

- (1) 水分 moisture: 物质中水的含量。
- (2) 干物质 dry substance: 不含水分的物质。
- (3) 湿物质 wet substance: 含有水分的物质。
- (4) 湿基水分 moisture content on wet basis: 湿物质中水的质量与湿物质的质量之比。
- (5) 干基水分 moisture content on dry basis: 湿物质中水的质量与干物质的质量之比。

水分含量是非常常见的指标，但是到目前为止，对固体废物中的水分含量并没有进行明确定义，本标准规定：固体废物中的水分含量是指固体废物中水的质量占固体废物总质量的百分比（以下简称水分）。固体废物的干物质含量是指在本标准规定条件下，固体废物中不含水分的物质的质量占样品总质量的质量分数。

2.1.3 固体废物的分类

固体废物的分类方法有多种，按其化学性质可分为有机废物和无机废物；按其危险状况可分为有害废物和一般废物；按其形状可分为固体的（块状废物、粒状废物、粉状废物）和泥状的（污泥）；按其来源可分为工业固体废物、矿业固体废物、城市固体废物（城市垃圾）、农业固体废物和放射性固体废物等五类；按毒性可分为有毒废物和无毒废物；按其管理可分为：工业固体废物、城市固体废物（城市垃圾）和危险固体废物（有害固体废物）三大类，见表 2-1。

我国于 2006 年 4 月 1 日起实施的《固体废物鉴别导则（试行）》（公告 2006 年第 11 号）中规定，固体废物的范围包括：从家庭收集的垃圾、生产过程中产生的废弃物质或报废产品、实验室产生的废弃物质、城市污水处理厂污泥、生活垃圾处理厂产生的残渣以及其他污染控制设施产生的垃圾、残余渣、污泥等 13 种属于固体废物的物质类别，但并不限于这 13 种物质。

《资源保护回收法》（Resource Conservation and Recovery Act，简称 RCRA）是美国固体废物管理的基础性法律，主要阐述了美国对于固体废物和危险废物的各项控制准则和管理制度。《美国联邦法规》（Code of Federal Regulations，简称 CFR）中列出了 19 种属于固体

废物的物质类别，并根据这些固体废物的产生源，将这 19 种固体废物划分为四个大类：（1）丧失原有利用价值的固体废物；（2）生产过程中产生的副产物类固体废物；（3）环境治理过程中产生的固体废物；（4）其它类固体废物。

欧盟对固体废物的管理依据是法律文件 2008/98/EC 指令和《欧洲废物名录》，其中 2008/98/EC 指令中列出了 16 种属于固体废物的物质类别，虽然这 16 种物质的具体内容与美国 EPA 危险废物鉴别法规中所列举的 19 种有所不同，但是同样依据产生源将固体废物分为丧失原有利用价值的产品、生产过程中产生的副产物、环境治理过程中产生的固体废物以及其它类固体废物四个类别进行管理。

《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》（2016 年 11 月 7 日修正版）中将固体废物分为生活垃圾、工业固体废物和危险废物三类进行管理。其中：

生活垃圾，是指在日常生活中或者为日常生活提供服务的活动中产生的固体废物以及法律、行政法规规定视为生活垃圾的固体废物。

工业固体废物，是指在工业生产活动中产生的固体废物。

危险废物，是指列入国家危险废物名录或者根据国家规定的危险废物鉴别标准和鉴别方法认定的具有危险特性的固体废物。

本标准主要参考《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》（2016 年 11 月 7 日修正版）关于固体废物的分类。

表 2-1 主要固体废物分类方法

组成	有机废物
	无机废物
形态	固体废物
	半固体废物
	液态（气态）废物
污染特性	有害废物
	一般废物
来源	矿业废物
	工业废物
	城市生活废物
	农业废物
	放射性废物
毒性	有毒废物
	无毒废物
管理	城市生活垃圾
	工业固体废物
	有毒有害固体废物

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

2.2.1 国家标准对水分的要求

固体废物处理过程包括贮存、运输和处置。在固体废物贮存和运输环节，国内现行的相关控制标准，没有对水分进行要求，如：《一般工业固体废物贮存、处置场污染控制标准》（GB 18599-2001）、《危险废物贮存污染物控制标准》（GB 18597-2001）等。

但是，在固体废物最终处置环节，相关固体废物污染控制标准以及固体废物再利用相关污染控制技术导则均对水分含量有要求。在固体废物填埋方面，水分较高的污泥类危废对填埋体稳定性构成的威胁极大，不宜直接填埋。为保证填埋场废弃物堆填的稳定性，遵循安全运营和相对增大库容的原则，宜采取措施达到最优水分。如《生活垃圾填埋场污染控制标准》（GB 16889-2008）要求入场生活垃圾焚烧飞灰和医疗废物焚烧残渣含水率小于 30%，厌氧产沼等生物处理后的固态残余物、粪便经处理后的固态残余物和生活污水处理厂污泥经处理后含水率小于 60%。农用肥料对水分也有要求，如《城镇垃圾农用控制标准》（GB 8172-87）要求农用固体废物水分含量最高不超过 40%。具体见表 2-2。其中，《生活垃圾填埋场污染控制标准》（GB 16889-2008）是本标准的配套标准。

表 2-2 相关污染控制类标准对固体废物水分的要求

标准名称与方法号	水分相关要求	备注
生活垃圾填埋场污染控制标准 (GB16889-2008)	6.3 生活垃圾焚烧飞灰和医疗废物焚烧残渣：含水率小于 30%。 6.6 厌氧产沼等生物处理后的固态残余物、粪便经处理后的固态残余物和生活污水处理厂污泥经处理后含水率小于 60%。	本标准配套
城镇垃圾农用控制标准 (GB8172-87)	1.1 水分标准限值：25%~35%。 2.1 水分含量最高不超过 40%。	
有机肥料标准 (NY525-2002)	4.1 要求样品水分小于 40%。	
危险废物填埋污染控制标准 (GB18598-2001)	5.2 下列废物需经预处理后方能入场填埋：d. 含水率高于 85%的废物。	
城镇污水处理厂污泥处置 园林绿化用泥质 (GB/T23486-2009)	4.3.2 污泥园林绿化利用时，其他理化指标应满足：含水率<40%。	
城镇污水处理厂污泥处置 土地改良用泥质 (GB/T24600-2009)	4.3.1 污泥土地改良利用时，其他理化指标应满足：含水率<65%。	
城镇污水处理厂污泥处置 混合填埋用泥质 (GB/T23485-2009)	4.1 污泥用于混合填埋时，其基本指标及限值应满足：含水率<60%。	
农业固体废物污染控制技术导则 (HJ588-2010)	5.2.2.1 堆腐还田技术。技术要点：（3）堆放。将秸秆分 3 层堆平，第一层堆高 50 ~ 60 cm，浇透水（含水量在 60% ~65%）。 5.2.4 栽培食用菌。技术要点：（1）发酵后的稻麦草粉要保持其含水量为 70%左右。	

2.2.2 环境保护重点工作涉及的水分监测要求

在检测分析工作中，通常水分不属于污染性指标，仅作为其他污染性指标测定过程中的辅助性指标，因此在一些固体废物检测分析标准中对水分含量也有相应描述和要求，如在固体废物焚烧处置的相关技术规范中均对热灼减率有要求，而热灼减率计算公式中的“*A*”值，是一种在规定条件下的水分值；在固体废物有机物的提取相关标准中对水分含量的测定进行了规定；在固体废物浸出毒性相关标准中有水分测定的具体要求，并要求根据不同水分测定结果选择不同称样重量；在固体废物重金属元素测定相关标准中，计算过程需要样品干燥前后的测试数据。具体标准的水分测定要求情况见表 2-3。

表 2-3 相关标准分析过程对固体废物水分的要求

标准名称	关于水分的内容或相关要求	备注
危险废物集中焚烧处置工程建设技术规范 (HJ/T 176)	$P = (A - B) / A \times 100\%$ 式中： <i>P</i> —热灼减率，%； <i>A</i> —干燥后原始焚烧残渣在室温下的质量，g； <i>B</i> —焚烧残渣经 600℃ (±25℃) 3h 灼热后冷却至室温的质量，g。 5.2.3 危险废物特性分析鉴别应包括：水分。	6.3.2 (8) 炉渣热灼减率应 <5%。
生活垃圾焚烧污染控制标准 (GB18485)	$P = (A - B) / A \times 100\%$ 式中： <i>P</i> —热灼减率，%； <i>A</i> —焚烧炉渣经 110℃ 干燥 2h 后冷却至室温的质量，g； <i>B</i> —焚烧炉渣经 600℃ (±25℃) 灼烧 3 小时后冷却至室温的质量，g。	5.3 焚烧炉渣热灼减率 ≤ 5%。
危险废物 (含医疗废物) 焚烧处置设施性能测试技术规范 (HJ561-2010)	$P = (A - B) / A \times 100\%$ 式中： <i>P</i> —热灼减率，%； <i>A</i> —干燥后原始焚烧残渣在室温下的质量，g； <i>B</i> —焚烧残渣经 600℃ (±25℃) 3h 灼热后冷却至室温的质量，g。 4 性能测试的内容：4.3.1 含水量。4.3.2 焚烧残渣热灼减率。	
医疗废物集中焚烧处置工程建设技术规范 (HJ/T 177-2005)	$P = (A - B) / A \times 100\%$ 式中： <i>P</i> —热灼减率，%； <i>A</i> —干燥后原始焚烧残渣在室温下的质量，g； <i>B</i> —焚烧残渣经 600℃ (±25℃) 3h 灼热后冷却至室温的质量，g。 4.2.1.2 工业分析：水分。	7.3.2 焚烧残渣的热灼减率 <5%。
危险废物焚烧污染控制标准 (GB18484-2001)	$P = (A - B) / A \times 100\%$ 式中： <i>P</i> —热灼减率，%； <i>A</i> —干燥后原始焚烧残渣在室温下的质量，g； <i>B</i> —焚烧残渣经 600℃ (±25℃) 3h 灼热后冷却至室温的质量，g。	4.4.1 危险废物焚烧残渣的热灼减率 < 5%、多氯联苯焚烧残渣的热灼减率 <5%、医疗临床废物焚烧残渣的热灼减率 <5%。
固体废物有机物的提取 加压流体萃取法 (HJ 782-2016)	$w = (m_1 - m_2) / (m_1 - m_0) \times 100\%$ 式中： <i>w</i> —样品含水率，%； <i>m₀</i> —干燥皿烘干后的质量，g； <i>m₁</i> —盛有固体废物样品的干燥皿在烘干前的质量，g； <i>m₂</i> —盛有固体废物样品的干燥皿在烘干后的质量，g；	

标准名称	关于水分的内容或相关要求	备注
固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法 (GB5086.1-1997)	<p>4.1.2 水分测定：根据废物的含水量情况，称取 20~100 g 样品，于预先干燥恒重的具盖容器中（注意容器的材料必须与废物不发生反应），于 105℃ 下烘干，恒重至±0.01 g，计算废物含水率。</p> <p>4.2.3.2 如果样品的含水率大于等于 91%时，则将样品直接过滤，收集其全部滤出液，供分析用。</p> <p>4.2.3.3 如果样品的含水率较高但小于 91%时，则在浸出试验时应根据样品中的含水量，补加与按规定的固液比计算所需浸取剂量相差的数量的浸取剂后，再按 4.2.3.1 程序进行。</p>	
危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别 (GB 5085.3-2007)	<p>固体样品中固体百分含量 (S) = DW/WW×100 式中：DW——60℃烘干的样品质量 (g)； WW——烘干前的样品质量 (g)。</p> <p>如果数据使用者，项目或实验室要求 105℃烘干后测定固体百分比，另取一份样品 (>20 g) 按 7.2 的步骤重新操作，在 103℃~105℃烘干至恒重。</p> <p>7.2.1 固体样品中总可回收分析物的测定：充分混匀样品，取部分 (>20 g) 至称过皮重的盘中，称重并记录湿重 (WW)。如果样品含水率<35%，20 g 称样量即可，含水率>35%时，需要 50~100g 称样量。于 60℃烘干样品至恒重，记录干重 (DW)，计算出固体所占百分比。</p>	
固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法 (HJ/T 300-2007)	<p>7.1 含水率测定：称取 50~100 g 样品置于具盖容器中，于 105℃下烘干，恒重至两次称量值的误差小于±1%，计算样品含水率。</p> <p>样品中含有初始液相时，应将样品进行压力过滤，再测定滤渣的含水率，并根据总样品量（初始液相与滤渣重量之和）计算样品中的干固体百分率。</p> <p>7.4.3 如果样品中干固体百分率小于 5%，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于或等于总样品量 5%的，继续进行以下浸出步骤，并将所得到的浸出液与初始液相混合后进行分析。</p> <p>7.4.4 根据样品的含水率，按液固比为 20: 1 (L/kg) 计算出所需浸提剂的体积。</p>	
固体废物浸出毒性浸出方法 水平振荡法 (HJ 557-2009)	<p>8.1 含水率测定：8.1.1 根据固体废物的含水量，称取 20~100 g 样品，于预先干燥恒重的具盖容器中，在 105℃下烘干，恒重至±0.01g，计算样品含水率。</p> <p>8.1.2 样品中含有初始液相时，应将样品进行压力过滤，再测定滤渣的含水率。并根据总样品量（初始液相与滤渣重量之和）计算样品的含水率和干固体百分率。</p> <p>8.2.1 样品中含有初始液相时，应用压力过滤器和滤膜对样品进行过滤，干固体百分率小于或等于 9%的，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于 9%的，将滤渣按 8.2.2 浸出，初始液相与全部浸出液混合后进行分析；</p> <p>8.2.2 根据样品的含水率，按液固比为 10:1 (L/kg) 计算出所需浸提剂的体积。</p>	
固体废物浸出毒性 硫酸硝酸法 (HJT 299-2007)	<p>7.1 含水率测定：称取 50~100 g 样品置于具盖容器中，于 105℃下烘干，恒重至两次称量值的误差小于±1%，计算样品含水率。</p> <p>样品中含有初始液相时，应将样品进行压力过滤，再测定滤渣的含水率，并根据总样品量（初始液相与滤渣重量之和）计算样品中的干固体百分率。</p> <p>7.3.3 如果样品中干固体百分率小于或等于 9%，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于总样品量 9%的，继续进行以下浸出步骤，并将所得到的浸出液与初始液相混合后进行分析。</p> <p>7.3.4 根据样品的含水率，按液固比为 10: 1 (L/kg) 计算出所需浸提剂的体积。</p>	
固体废物 铅、锌和镉的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 786-2016)	<p>9.1.1.1 固态或可干化半固态固体废物</p> <p>固体废物中待测元素的含量 $\omega = [(\rho - \rho_0) \times V_0 / m_3] \times (m_2 / m_1)$ 式中：ω——固体废物中待测元素的含量，mg/kg ρ——由校准曲线查得试样中元素的质量浓度，mg/L ρ_0——实验室空白试样中元素的质量浓度，mg/L V_0——消解后试样的定容体积，ml； m_1——干燥前固体废物样品的称取量，g；</p>	

标准名称	关于水分的内容或相关要求	备注
	m_2 ——干燥后固体废物样品的质量, g; m_3 ——研磨过筛后试样的称取量, g; 7.2.1 对于固体废物或可干化半固体废物样品,准确称取 10g 样品(m_1),自然风干或冷冻干燥,再次称重(m_2),研磨,全部过 100 目筛备用。	
固体废物 铅和镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 787-2016)	9.1.1.1 固态或可干化半固体废物 固体废物中待测元素的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0)\times V_0/m_3]\times(m_2/m_1)$ 式中: ω ——固体废物中待测元素的含量, mg/kg ρ ——由校准曲线查得试样中元素的质量浓度, mg/L ρ_0 ——实验室空白试样中元素的质量浓度, mg/L V_0 ——消解后试样的定容体积, ml; m_1 ——干燥前固体废物样品的称取量, g; m_2 ——干燥后固体废物样品的质量, g; m_3 ——研磨过筛后试样的称取量, g; 7.2.1 对于固体废物或可干化半固体废物样品,准确称取 10 g 样品(m_1),自然风干或冷冻干燥,再次称重(m_2),研磨,全部过 100 目筛备用。	
固体废物 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 749-2015)	9.1.1 固态和粘稠状的污泥固体废物 固体废物中总铬的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0)\times V_0/m_3]\times(m_2/m_1)\times f$ 式中: ω ——固体废物中总铬的含量, mg/kg ρ ——由校准曲线查得试样中总铬的浓度, mg/L ρ_0 ——由校准曲线查得的空白试样中总铬的浓度, mg/L V_0 ——消解后定容体积, ml; m_1 ——固体样品的质量, g; m_2 ——干燥后固体样品的质量, g; m_3 ——研磨过筛后试样的称取量, g; f ——稀释倍数。 7.2.1 对于固体废物或粘稠状的污泥样品,准确称取 10g 样品(m_1),自然风干或冷冻干燥,再次称重(m_2),研磨,全部过 100 目筛备用。	
固体废物 总铬的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 750-2015)	9.1.1 固态和粘稠状的污泥固体废物 固体废物中总铬的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0)\times V_0/m_3]\times(m_2/m_1)\times 10^{-3}$ 式中: ω ——固体废物中总铬的含量, mg/kg ρ ——由校准曲线查得试样中总铬的浓度, $\mu\text{g/L}$ ρ_0 ——由校准曲线查得的空白试样中总铬的浓度, $\mu\text{g/L}$ V_0 ——消解后定容体积, ml; m_1 ——固体样品的质量, g; m_2 ——干燥后固体样品的质量, g; m_3 ——研磨过筛后试样的称取量, g。 7.2.1 对于固体废物或粘稠状的污泥样品,准确称取 10g 样品(m_1),自然风干或冷冻干燥,再次称重(m_2),研磨,全部过 100 目筛备用。	
固体废物 钡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 767-2015)	9.1.1.1 固态或可干化半固体废物 固体废物中钡的含量 $\omega=[(\rho_1\times f-\rho_0)\times V_0/m_3]\times(m_2/m_1)\times 10^{-3}$ 式中: ω ——固体废物中钡的含量, mg/kg; ρ_1 ——由校准曲线查得试样中钡的质量浓度, $\mu\text{g/L}$; f ——试剂稀释倍数; ρ_0 ——实验室空白试样中元素的质量浓度, $\mu\text{g/L}$; V_0 ——消解后试样的定容体积, ml; m_1 ——干固体废物样品的称取量, g; m_2 ——风干或冷冻干燥后固体废物样品的质量, g; m_3 ——研磨过筛后试样的称取量, g; 7.2.1 对于固体废物或可干化半固体废物样品,准确称取 10 g 样品(m_1),自然风干或冷冻干燥,再次称重(m_2),研磨,全部过 100 目筛备用。	
固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法 (HJ 766-2015)	9.2.1 固态或可干化半固体废物 固体废物中待测元素的含量 $\omega=[(\rho_x-\rho_0)\times V/m_3]\times(m_2/m_1)\times 10^{-3}$ 式中: ω ——固体废物中待测金属元素的含量, mg/kg ρ_x ——由校准曲线计算测定试样中待测金属元素的浓度, $\mu\text{g/L}$ ρ_0 ——空白试样中待测金属元素的浓度, $\mu\text{g/L}$	

标准名称	关于水分的内容或相关要求	备注
	<p>V——消解后试样的定容体积, ml; m_1——样品的称取量, g; m_2——干燥后样品的质量, g; m_3——称取过筛后试样的质量, g;</p> <p>7.2.2 对于固体废物或可干化半固体废物样品, 准确称取 10 g 样品 (m_1), 自然风干或冷冻干燥, 再次称重 (m_2), 研磨, 全部过 100 目尼龙筛备用。</p>	
固体废物 镍和铜的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 751-2015)	<p>9.2.1 固态和可干化半固体废物 固体废物中镍或铜的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0) \times V_0/m_3] \times (m_2/m_1)$ 式中: ω——固体废物中元素的含量, mg/kg ρ——由校准曲线查得测定试样中元素的质量浓度, mg/L ρ_0——实验室空白试样中元素的质量浓度, mg/L V_0——消解后试样的定容体积, ml; m_1——固体废物样品的称取量, g; m_2——干燥后固体废物样品的质量, g; m_3——过筛试样的称取量, g。</p> <p>7.2.2 对于固体废物或可干化半固体废物样品, 准确称取 10 g 样品 (m_1), 自然风干或冷冻干燥, 再次称重 (m_2), 研磨, 全部过 100 目筛备用。</p>	
固体废物 铍 镍 铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 752-2015)	<p>9.2.1 固态和可干化半固体废物 固体废物中铍 镍 铜和钼的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0) \times V_0/m_3] \times (m_2/m_1) \times 10^{-3}$ 式中: ω——固体废物中元素的含量, mg/kg ρ——由校准曲线查得测定试样中元素的质量浓度, $\mu\text{g/L}$ ρ_0——实验室空白试样中元素的质量浓度, $\mu\text{g/L}$ V_0——消解后试样的定容体积, ml; m_1——固体废物样品的称取量, g; m_2——干燥后固体废物样品的质量, g; m_3——过筛试样的称取量, g。</p> <p>7.2.2 对于固体废物或可干化半固体废物样品, 准确称取 10 g 样品 (m_1), 自然风干或冷冻干燥, 再次称重 (m_2), 研磨, 全部过 100 目筛备用。</p>	
固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解_原子荧光法 (HJ 702-2014)	<p>8.1.1 固态和粘稠状的污泥固体废物 固体废物中元素的含量 $\omega=[(\rho-\rho_0) \times V_0 \times V_2 / (m_3 \times V_1)] \times (m_2/m_1) \times 10^{-3}$ 式中: ω——固体废物中元素的含量, $\mu\text{g/g}$ ρ——由校准曲线查得测定试样中元素的浓度, $\mu\text{g/L}$ ρ_0——实验室空白试样中元素的浓度, $\mu\text{g/L}$ V_0——分取试液的体积, ml; V_1——分取后测定试液的定容体积, ml; V_2——消解后试样的定容体积, ml; m_1——固体样品的质量, g; m_2——干燥后固体样品的质量, g; m_3——研磨过筛后试样的质量, g。</p> <p>6.2.1 对于固体废物或粘稠状的污泥样品, 准确称取 10g 样品 (m_1), 自然风干或冷冻干燥, 再次称重 (m_2), 研磨, 全部过 100 目筛备用。</p>	

总而言之, 相关环保标准、分析工作对固体废物水分的测定均有一定的要求, 而目前国内固体废物水分测定还没有统一的标准和方法。目前关于固体废物水分的测定, 大多参考现行环保标准《土壤 水分和干物质的测定 重量法》(HJ 613) 进行, 而土壤和固体废物组成成分和理化性质的差别较大, HJ 613 不能满足全部种类固体废物水分测定的实际工作需要。因此, 制定固体废物水分和干物质含量的测定方法标准十分必要, 能为固体废物的分析、处理处置提供更为科学的水分和干物质测定方法依据。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

国际标准 ISO 有 3 项关于水分测定的标准，分别是锯材、木材和土壤中水分的测定标准。日本有 5 项有关水分测定的标准，分别是混凝土粗集料、混凝土细集料、集料、建筑材料和多孔混凝土的水分的测定。德国和法国分别有一项关于水分测定的标准，均为土质中水分的测定。美国有 7 项关于水分测定的标准，分别是集料、泥炭和有机土壤、夹层构造芯材、混凝土砌块、土壤和土壤集料、棉花、有机和无机绝缘材料中水分的测定。主要国家、地区及国际组织关于水分测定的标准分析方法见表 3-1。

表 3-1 主要国家、地区及国际组织关于水分的标准分析方法

序号	标准编号	标准名称	来源	方法、适用范围
1	ISO 4470-1981	锯材 批量平均含水率的测定	国际标准	使用电湿度计测量试件的电阻或电导，并测定干燥后的质量损失，直至完全干燥。
2	ISO 3130-1975	木材 物理力学试验的含水率测定	国际标准	该方法通过试样干燥到恒定质量的称量，计算干燥后试样质量损失量。
3	ISO 11465-1993	土壤质量，用重力测量法测定一个质量基上的干物质和水的含量	国际标准	可以应用于所有类型的土壤样本。
4	JIS A1803-2009	混凝土生产控制的试验方法 粗集料的表面含水率的试验方法	日本	本标准主要对混凝土生产工序管理的粗集料的表面含水率试验方法进行了规定。
5	JIS A1802-2009	混凝土生产控制的试验方法 用离心力对细集料表面含水率的试验方法	日本	适用于混凝土的生产工序管理。
6	JIS A1125-2007	干燥法测定集料的含水量及表面湿度的试验方法	日本	对骨料干燥前后质量差及骨料的表面含水率的测定方法进行了规定。该规定也适用于构造用轻骨料，但加热可能变质的骨料不适用此方法。
7	JIS A1476-2006	用高温干燥法测定建筑材料含水率的测量方法	日本	该标准对建筑材料含水率的测定方法进行了规定。
8	JIS A1161-1994	多孔混凝土的体积比重、含水率、吸水率及抗压强度的试验方法	日本	该标准对多孔混凝土的体积比重，含水率，吸水率及抗压强度的试验方法进行了规定。
9	DINISO16586-2006	土质 在已知毛体积干密度基础上测定为体积分数的土壤含水量 重量分析法	德国	该标准指定了一个用于测定土壤含水量的方法。
10	NF X31-102-1994	土质 以质量为基础测定干物质和水含量 重力测量法	法国	/
11	ASTM C566-2013	利用干燥法测定集料总挥发水分含量的标准试验方法	美国	/
12	ASTM D2974-2013	测定泥炭和其他有机土壤	美国	/

序号	标准编号	标准名称	来源	方法、适用范围
		的水分、灰分和有机物质用标准试验方法		
13	ASTMC272/C272M-2012	夹层构造用芯材吸水率标准试验方法	美国	/
14	ASTM C140-2011	混凝土砌块及相关砌块取样和测试的标准试验方法	美国	该试验方法为混凝土砌块及相关混凝土单元的性能评价提供了常用的测试程序。方法用于取样、测量尺寸、抗压强度、吸收、单位重量（密度）、含水量、弯曲载荷和压载重量的测试。
15	ASTM D6938-2010	核方法（浅深度）测定土壤和土集料的现场密度和含水率的标准试验方法	美国	该方法是一种快速、无损检测技术，用于土壤和土壤团聚体的湿密度、含水量和干密度的测定。 方法适用于施工中的压实土和土料混合物的质量控制和验收测试，也用于研究和开发。方法中固有的基本假设是，康普顿散射的相互作用占主导地位，材料是均匀的。
16	ASTMD2495-2007（2012）	用烘干法测定棉花中水分的标准试验方法	美国	/
17	ASTMC1616-2007（2012）	用重量法测定有机和无机绝缘材料的含水量的标准试验方法	美国	/

3.2 国内相关分析方法研究

我国现行水分测定的国家标准分析方法主要包括无机硬质绝热制品、纺织材料、混凝土、煤质、岩石、木材等材料介质中水分的测定，现行行业标准分析方法主要包括陶瓷、散粒物料、岩石、冻土、土壤和层压木侧板等介质中水分的测定。关于固体废物水分的测定没有国家标准或行业标准，国内相关分析标准详见表 3-2 和表 3-3。

表 3-2 我国现行水分测定的国家标准分析方法

序号	标准号	标准名称	方法原理	测定范围
1	GB/T 5486.3-2001	无机硬质绝热制品试验方法密度、含水率及吸水率	将试件置于电热鼓风干燥箱中，在 $383\text{ K}\pm 5\text{ K}$ ($110^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$) 下烘干至恒质量，（若粘结材料在该温度下发生变化，则应低于其变化温度 10°C ）然后移至干燥器中冷却至室温。恒质量的判据为恒温 3 h 两次称量试件质量的变化率小于 0.2%。	本标准规定了无机硬质绝热制品密度、含水率及吸水率试验方法。天平分度值应小于称量值的万分之二。
2	GB/T 9995-1997	纺织材料含水率和回潮率的测定烘箱干燥法	试样在烘箱中暴露于流动的加热至规定温度的空气中，直至达到恒重。烘燥过程中的全部质量损失都作为水分，并以含水率和回潮率表示。供给烘箱的大气应为纺织品调湿和试验用标准。	本标准规定了采用烘箱热风干燥方式测定纺织材料含水率和回潮率的方法。
3	GB/T 11970-1997	加气混凝土体积密度、含水率和吸水率试验方法	将试件放入电热鼓风干燥箱内，在 $(60\pm 5)^\circ\text{C}$ 下保温 24 h，然后在 $(80\pm 5)^\circ\text{C}$ 下保温 24h，再在 $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘至恒重。	本标准规定了加气混凝土的体积密度、含水率和吸水率实验用仪器设备、试件、实验步骤、结果计算与评定和实验报告。本标准适用于加气混凝土。 托盘天平或磅秤：称量

序号	标准号	标准名称	方法原理	测定范围
				2000 g, 感量 1 g。
4	GB/T 5883-1986	苧麻回潮率、含水率试验方法	将试样分别放于已知重量的称量瓶中并在精密分析天平上精确称重, 置于 105~110℃ 的电热恒温干燥箱中烘至恒重 (先后两次重量差不超过一次重量的 0.02%), 取出迅速放于干燥器中冷却 30±5 min, 分别精确称取麻样与称量瓶的总重量并记录。	本标准为测定生苧麻、精干麻 (包括无油精干麻)、水麻及油麻回潮率或含水率的试验方法。凡生产、验收和交货中提请检验时均按照本标准试验。
5	GB/T 23561.6-2009	煤和岩石物理力学性质测定方法第 6 部分: 煤和岩石含水率测定方法	(1) 取保持天然含水状态, 尺寸大于组成岩石最大矿物颗粒直径的 10 倍, 且质量不少于 50 g 的三个试件, 立即称重得 M_1 ; (2) 将不含结晶水的试样在 105~110℃ 的烘箱内烘干 24 h 后取出, 放在干燥器内冷却至室温称重得 M_2 ; (3) 将含结晶水的试样在 55~65℃ 的烘箱内烘干 24 h 后取出, 放在干燥器内冷却至室温, 称重得 M_3 。	本标准适用于煤和岩石含水率的测定, 采用烘干法测试煤和岩石的含水率, 适用于矿物不含结晶水和含结晶水的岩石。
6	GB/T 1931-2009	木材含水率测定方法	木材试样中所包含水分的质量与全干试样的质量之比, 表示试样中水分的含量。天平精度应达到 0.001 g。烘箱应能保持在 (103±2)℃。	本标准规定了测定木材含水率的实验设备、试样、实验步骤和结果计算。适用于木材物理力学试验时含水率的测定。
7	GB/T 22838.8-2009	卷烟和滤棒物理性能的测定 第 8 部分: 含水率	试样在规定的烘干温度下烘至恒重时, 所减少的重量与试样原重量之比即为试样的含水率, 以百分比表示。天平量程大于 50 g, 精度为 0.001 g。电热鼓风干燥箱温度波动度±1℃, 温度均匀度±2℃。	本标准规定了卷烟和滤棒含水率的测定方法。
8	GB/T 9914.1-2013	增强制品试验方法 第 1 部分: 含水率的测定	使试样置于 105℃ 温度下干燥, 在标准室温下称取干燥前后试样质量。通风烘箱空气置换率 20 次/h~50 次/h, 温度能控制在 105℃±3℃ 或所选择温度±3℃, 天平精确至 0.1 mg。	本标准规定了玻璃纤维、碳纤维和芳纶纤维制品含水率的测定方法。适用于连续纤维纱、定长纤维纱、无捻粗纱、短切原丝、毡、织物和其他形式的增强制品。
9	GB/T 17657-2013	人造板及饰面人造板理化性能试验方法 (4.3 含水率测定)	确定试件在干燥前后质量之差与干燥后质量之比。 试件在温度 (103±2)℃ 条件下干燥至质量恒定, 干燥后的试件应立即置于干燥器内冷却, 防止从空气中吸收水分。冷却至室温后称量, 精确至 0.01 g。前后相隔 6 h 两次称所得的试件质量差小于试件质量的 0.1%, 即视为试件质量恒定。	本标准规定了人造板及饰面人造板主要理化性能试验方法, 适用于人造板和饰面人造板及其制品。天平感量 0.01 g, 古风干燥箱温度可保持 (103±2)℃。测定含水率时, 试件在锯割后应立即进行称量, 精确至 0.01 g。如果不能立即称量, 应避免试件含水率在锯割至称量期间发生变化。
10	GB/T 12626.6-1990	硬质纤维板含水率的测定	试件保持抽样相同状态时的质量和在 103±2℃ 温度下干燥至恒定质量的质量之差与试件干燥后质量的百分比。测试方法: (1) 称量试件质量, 精确至 0.01 g, 试件称量时应保持与抽样时相同的状态。(2) 试件在温度为 103±2℃ 的干燥箱内干燥至质量恒定 (注: 当间隔为 6 h 的两次连续称量的结果, 其差别不超过试件质量的 0.1% 时, 即认为试件达到质量恒定); (3) 在干燥器内将试件冷却至室温, 然后称量, 精确至 0.01 h。操作应迅速及时, 避免含水率的增加超过 0.1%。	本标准规定了硬质纤维板含水率的测定方法, 适用于无特殊加工处理的硬质纤维板。天平精确至 0.01 g, 空气对流干燥箱温度能保持在 103±2℃。

序号	标准号	标准名称	方法原理	测定范围
11	FZ/T 50031-2015	碳纤维 含水率和饱和吸水率试验方法	即将实施	

表 3-3 我国现行水分测定的行业标准分析方法

序号	标准号	标准名称	方法原理	测定范围
1	QB/T 2434-2012	日用陶瓷原料含水率测定方法	(1) 用天平称取湿样质量 m_1 待测样品, 置于已恒重的蒸发皿中, m_1 在 20~25 g 之间; (2) 将样品放于恒温干燥箱中于 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。取出置于干燥器中冷却至室温称量, 记录恒重后的干重质量 m_2 。同一样品应进行两次测定, 称量应精确至 0.001 g。	本标准规定了日用陶瓷原料含水率的测定方法。天平感量不低于 0.001 g。
2	JB/T 9014.5-19997	连续输送设备散粒物料湿度(含水率)的测定	将散粒物料在一定试验条件下烘干后, 测定失去的水分质量与原试样干燥后的质量之比, 以百分数表示作为物料的含水率指标。送至实验室的缩分后的试样, 粒度 ≤ 0.5 mm 的物料不得少于 200 g; 粒度大于 0.5~20 mm 的物料不得少于 3000 g; 粒度大于 20 mm 的物料不少于 10 kg。并迅速装入具有磨口塞的玻璃瓶中或双层塑料瓶内, 密封备用。	本标准规定了散粒物料的含水率测定方法, 适用于连续输送设备输送的粒度为 0~50 mm 的散粒物料的含水率测定。
3	MT/T 43-1987	岩石含水率测定方法	(1) 从岩石中心取得保持天然含水状态, 其质量不少于 50 g 的三个试件, 立即称重; (2) 将试件在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥 24 h 后取出, 放在干燥器中冷却至室温后称重。	适用于岩石含水率的测定。岩石在天然状态下所含水分的质量与岩石烘干后的质量之比为岩石的含水率。天平最大量程 1000 g, 感量 0.01 g。
4	SL 237-007-1999	土工试验规程-界限含水率试验	细粒土由于含水率不同, 分别处于流动状态、可塑状态、半固体状态和固体状态。液限是细粒土呈可塑状态的上限含水率; 塑限是细粒土呈可塑状态的下限含水率; 缩限是细粒土从半固体状态继续蒸发水分过渡到固体状态时体积不再收缩的界限含水率。	本规程适用于粒径小于 0.5 mm 颗粒组成及有机质含量不大于干土质量 5% 的土。
5	SL 237-061-1999	土工试验规程-化学分析试样风干含水率试验	风干含水率是风干试样在温度 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘至恒重时, 失去水分的质量与恒重时试样的质量之比。本实验的目的是测定风干试样的含水率, 将其作为其他试验中风干试样质量换算成烘干样质量的依据。本试验采用烘干法。	本规程适用于除有机质含量较高以及含石膏较多的土之外的各种土。分析天平分度值 0.001 g。
6	SL 237-034-1999	土工试验规程-冻土含水率试验	冻土含水率系指冻土中所含冰和未冻水的总质量与干土质量之比。它是冻土地区进行水热平衡计算、分析冻土发育条件的重要指标。本试验的标准方法为烘干法。在现场或需要快速测定含水率时, 对层状和网状结构的土, 可采用联合测定法。	本规程适用于有机质(泥炭、腐植质及其他)含量不超过干土质量 5% 的土。当土的有机质含量在 5%~10% 之间, 仍允许采用烘干法, 但需注明有机质含量。
7	HJ 613-2011	土壤干物质和水分的测定重量法	土壤样品在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘至恒重, 以烘干前后的土样质量差值计算干物质和水分的含量。鼓风干燥箱 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, 分析天平精度为 0.01 g。	本标准规定了测定土壤中干物质和水分的重量法, 适用于所有类型土壤中干物质和水分的测定。
8	FZ/T 90082.3-1995	有梭织机用层压木侧板和投梭棒物理力学试验	层压木侧板和投梭棒含水率是指试样所含水分的质量占层压木全干质量的百分率。方法: (1) 从冲击韧性或顺纹胶层抗剪强度试验过中立立即取样, 取	本标准规定了测试有梭织机用层压木侧板和投梭棒含水率的试样。天平感量 1 mg。

序号	标准号	标准名称	方法原理	测定范围
		方法 含水率	样后立即称重；(2) 将试样放入干燥箱内，用 (103±2) °C 的温度烘 8 h 后进行第一次试称，以后每隔两小时试称一次，至最后两次质量之差不超过 2 mg 时，试样即达全干，将试样从干燥箱内取出，放入玻璃干燥箱内的称量瓶中，盖好瓶盖。试样冷却至室温后称量。	

3.3 文献中相关方法研究

水分含量的测定方法尽管有很多，但当前发展较为成熟、已被国内外一些行业 and 用户普遍采用的水分检测方法主要分为取样测定法和定位测定法两大类。取样测定法包括物理法和化学法，定位测定法包括非放射性法和放射性法。物理法主要包括烘干法、定容法、比重法、称重仪法、蒸气压法、离心机法、压力板法、超声波法、冰点下降法。化学法主要包括碳化钙法、浸入法、浓硫酸法。非放射性法主要包括电测法、张力计法、热电偶法、热传导法、遥感法、水银温度计法等。放射性法主要包括 γ 射线法、中子法。其中使用的最为广泛、最为经典的分析方法为烘干法，烘干法主要包括恒温箱烘干法、酒精燃烧法、红外线法等。

恒温箱烘干法被认为是最经典和最准确的方法。以土壤水分为例，烘干法是国际公认的测定土壤水分的标准方法，其它所有土壤水分测定方法都以此法作为标准而进行校对。此外，采用 105 °C 烘干法是获得粮食、油料、食品等物质水分含量真值的标准方法。

烘干法通常还有所谓的快速测定法，其原理与常规法相同，实质是采用一些手段使样品烘至恒重的时间尽可能缩短，如酒精燃烧法、红外干燥法、炉烤法、微波干燥法等。其中微波干燥法和红外干燥法目前发展较快，这两种方法可以大程度的节约干燥时间，同时又能满足误差要求，可以作为除传统烘箱干燥法之外较好的选择。

目前国内关于烘干法测定水分的研究主要包括：曾其蕴等应用烘干法、真空干燥法和蒸馏法对马尾松、红松、落叶松、杉木和樟木等 5 种含多树脂、多挥发性物质的木材进行了含水率试验，结果表明，烘干法测定木材含水率的结果比真空干燥法和蒸馏法高，一般高 (0.8~1.9) %，但不同树种木材略有差异。张虎元等使用微波炉法测定遗址土水分，其测定结果均符合规范误差不大于 2% 的要求。在遗址保护现场使用微波炉法测定遗址土的水分，不仅能够满足精度要求，而且具有快速、方便的技术优势。蔡璐等探讨了不同水分监测方法的优缺点，并指出通过水分监测进行水分调控是实现污泥堆肥现代化与工程化发展的关键要素。在实际操作中应综合考虑当地的经济情况、采用的工艺策略等因素，选择合适的水分监测技术，以提高污泥堆肥的效率和质量，并在此基础上尽量减少运行能耗。蔡璐等采用 CTB 工艺处理城市污泥，同时使用介电法和烘干法测定堆体水分，并对这两方法进行了比较试验。结果表明，使用分段温度标定法能够显著提高介电法的测定精度，且稳定性高于烘干法。张慧等采用 (105±2) °C，(3+1) h 的国标法和红外干燥法分别对 3 个固体食品品种水分含量进行一系列对照试验，经数理统计分析，结果表明两种水分测定方法无显著或极显著差异。涂玉娟采用卤素快速水分测定仪考察了样品放置位置、面积、加热温度、质量及水分等因素

对测定精度和测定时间的影响。结果表明，样品放置位置对测定结果影响不大；而当样品面积相对较大、加热温度为 105℃、样品质量为 10 g 时，可以既快速又准确地测得污泥水分，且数据表明卤素快速水分测定仪适用于测定不同水分的污泥。曹艳峰等采用烘箱干燥法和卤素水分测定仪法对城镇污水厂三种类型污泥分别进行了水分测定，分析了不同方法测定过程中的优缺点，并经过数理统计分析，得出两种水分测定方法的测定结果无显著差异。

3.4 与本标准方法的关系

现行的相关水分测定研究文献尽管种类繁多，但针对固体废物水分的测定的相关研究几乎空白。水分的测定方法种类很多，在准确度和测定时间方面也是千差万别。本标准采用的恒温箱烘干法是国际公认的最经典、最准确的水分测定方法，但是其存在测定时间长的缺点。本标准采用的微波水分测定法和红外水分测定法是目前较新、较为便捷的两种水分测定技术，作为恒温箱烘干法的补充，在保证准确度的前提下，大大缩短了测定所需时间，是未来发展趋势。

本标准根据《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T 20) 进行固体废物样品的采集、制备和保存，根据相关研究进展，参考《土壤 干物质和水分的测定 重量法》(HJ 613-2011) 等相关标准，选取烘箱干燥法对固体废物的水分进行测定研究，确定最佳测定条件参数。同时采用快捷的微波干燥法和红外干燥法作为参考方法对固体废物水分测定方法进行补充。在符合测定质量控制要求的前提下，最大限度的节约分析成本、缩短分析时间。

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

本标准制订依据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》和《环境监测 分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010) 的要求，以国内外相关标准为基础编制。

(1) 方法应满足相关环保标准和环保工作的要求。

(2) 方法准确度高，满足各项方法特性指标要求，确保方法标准的科学性、可行性和可操作性。

(3) 方法具有普遍适用性，易于推广使用。

4.2 标准制订的技术路线

通过前期文献调研、国内外标准比对以及初步探索，发现现行水分测定方法中，定位测定法运用极少，取样测定运用较多。而取样测定的多种方法中，烘干法是国际公认的测定水分的标准方法，微波干燥法和红外干燥法可以较大程度的节约时间，又能满足误差实际要求，可以作为传统烘箱干燥法之外较好的选择。因此，根据国家相关标准的要求，本标准选取烘箱干燥、微波干燥、红外干燥三种方法进行固体废物水分和干物质含量的测定研究。在本标准的制订过程中，固体废物的分类以及恒重的定义尤为重要。首先通过查阅大量资料 and 开展实验研究确定固体废物分类以及三种方法的恒重定义。基于固体废物成分复杂、均质性差，

进而开展筛选称样量和测定时间的实验研究工作。形成完整的固体废物水分和干物质含量的测定方法。主要技术路线见图 4-1。

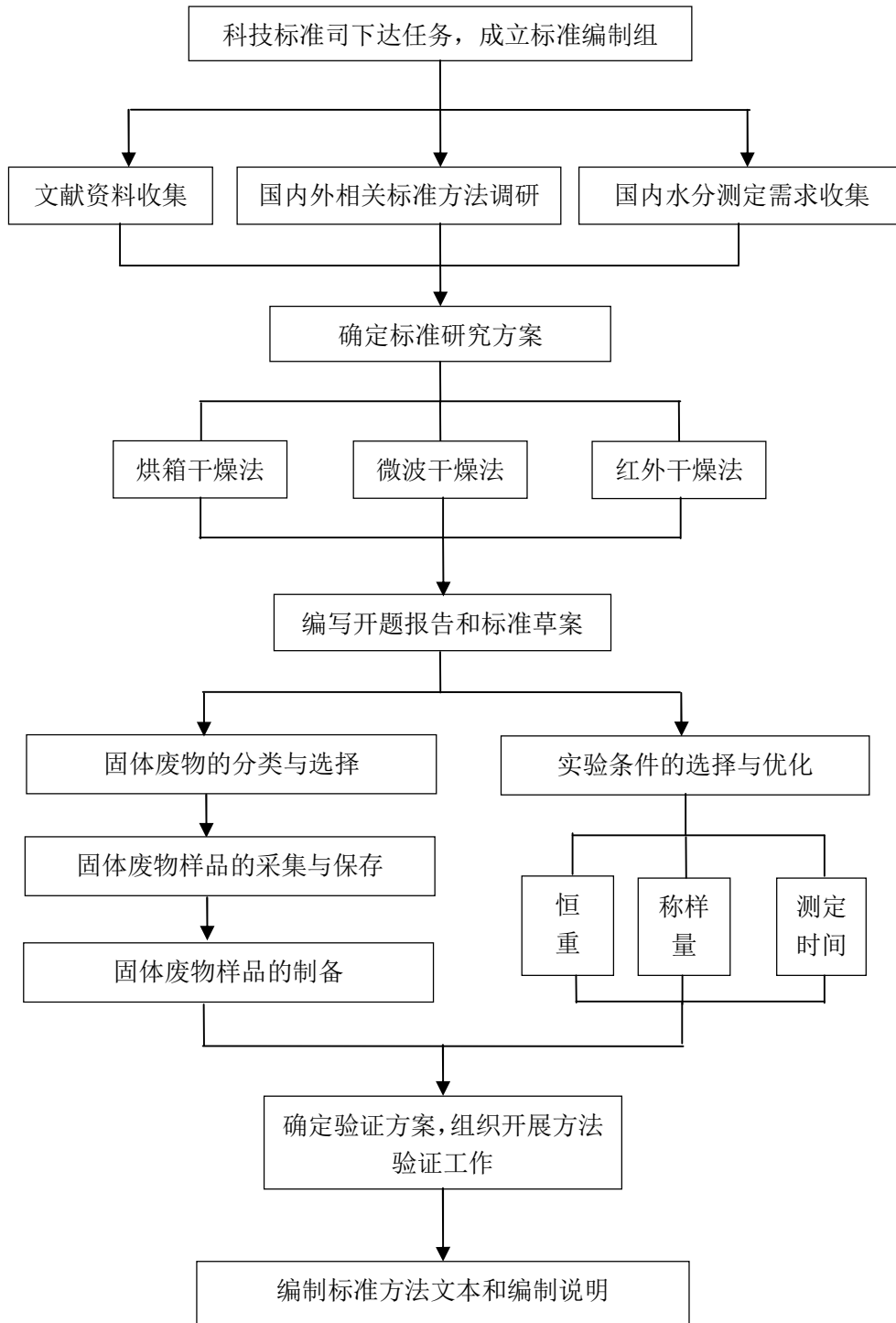


图 4-1 技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

本标准规定了测定固体废物中水分和干物质含量的重量法。

本标准适用于固体废物中水分和干物质含量的测定,但不适用于有机物比重较大的固体废物。

5.2 方法原理

本方法将固体废物样品在 (105 ± 5) ℃烘干至恒重后,以烘干前后的样品质量差值计算水分和干物质含量,用质量分数表示。

烘箱干燥法是传统的水分测定方法,利用电热鼓风蒸发并带走样品中的水分。烘箱干燥法的常规温度设定为 (105 ± 5) ℃。

微波干燥法的测定原理:在高频电磁场作用下,物质中的极性分子取向跟随电场的极性排列按交变电磁的频率不断变化,造成分子的运动和相互摩擦从而产生热量,使介质温度不断升高,物质中极性分子挥发后,留下的固体物质通常不再吸收微波能量,达到恒重。

红外干燥法的测定原理:水对一些特定波长的红外光表现出强烈的吸收特性,被特定波长的红外光照射时,样品中水分吸收能量温度逐渐升高并挥发成水蒸气离开样品,使样品逐渐干燥至仪器所设定的恒重条件。与烘箱干燥法相比,该方法加热过程中被测样品的温度更均匀。

5.3 仪器和设备

5.3.1 鼓风干燥箱(烘箱干燥法): (105 ± 5) ℃。

5.3.2 微波水分测定仪器(微波干燥法):天平精度 ≤ 0.0001 g。

5.3.3 红外水分测定仪器(红外干燥法):天平精度 ≤ 0.0001 g。

5.3.4 干燥器:装有无水变色硅胶。

5.3.5 分析天平:精度 ≤ 0.01 g。

5.3.6 具盖容器:防水材质且不吸附水分,容积应至少为 100 ml。

5.3.7 样品勺。

5.3.8 一般实验室常用仪器和设备。

5.4 样品

5.4.1 样品的采集和保存

根据固废的定义、分类以及配套标准的要求,编制组从湖南省国控重点企业名录中选择了不同企业类型作为样品来源,制定采样计划,并严格按照《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T 20)的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。样品类型涉及了生活垃圾、工业固体废物和危险废物三类,函括工业污水处理、城市污水处理、垃圾焚烧、石化、冶炼、

食品、电镀、造纸、水泥、环保等十余种行业，分布在湖南湘潭、岳阳、郴州、衡阳、株洲等地。具体采样信息和各企业采样现场情况见表 5-1 和图 5-1。

表 5-1 采样信息汇总

地点	时间	企业名称	固废类别	样品性质	数量	编号
湘乡	2016.8.05	湘乡某工业园污水处理厂	工业固废	工业污水处理厂污泥	1	A
岳阳	2016.8.10	岳阳某纸业股份有限公司	工业固废	造纸污泥	1	B
岳阳	2016.8.10	某石化炼油事业部	工业固废/危险废物	废催化剂	1	C
岳阳	2016.8.11	某污水处理厂	生活垃圾	生活污水厂污泥	1	D
郴州	2016.8.17	湖南某有色金属有限责任公司	工业固废/危险废物	尾砂库	1	E
郴州	2016.8.17	郴州市某有色金属冶炼厂	工业固废/危险废物	冶炼废渣	1	F
衡阳	2016.9.10	某啤酒（衡阳）有限公司	工业固废	食品废料/酒渣	1	G
衡阳	2016.9.10	衡阳市某电镀有限公司	工业固废/危险废物	电镀废渣	1	H
衡阳	2016.9.10	衡阳某环保垃圾焚烧场	生活垃圾	焚烧废渣	1	I
郴州	2016.9.23	郴州某生活垃圾焚烧发电厂	生活垃圾	焚烧废渣	1	J
株洲	2018.6.12	株洲某水泥有限责任公司	工业固废	粉煤灰	1	K
株洲	2018.6.12	某环保科技有限公司	生活垃圾	焚烧飞灰	1	L

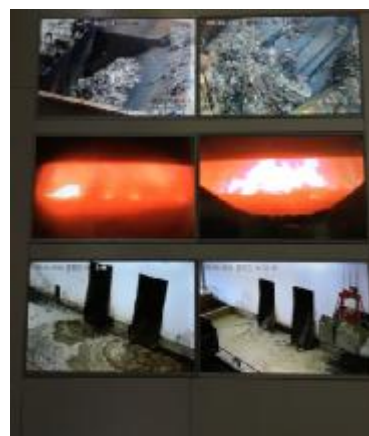
注：后续实验研究中将直接以样品编号指代各样品，不再进行具体说明。



郴州某有色金属冶炼废渣



衡阳某啤酒食品废料



衡阳某垃圾焚烧固废



郴州某生活垃圾焚烧固废



衡阳某电镀危险固废



岳阳某石化废催化剂



岳阳某生活污水处理污泥



岳阳某纸业固废



郴州某生活垃圾固废

图 5-1 各企业采样现场照片

5.4.2 试样的制备

根据固体废物的处置要求和评价要求进行试样制备。一般情况下，可直接取样测定，如有干燥和制样要求的参照 HJ/T 20 的相关规定进行固体废物样品的制备。

(1) 制样工具

破碎机、研钵、瓷盘、钢锤、采样铲等。

(2) 制样步骤

根据需求参考 HJ/T 20 进行样品破碎、样品筛分以及样品混合，使得样品尽可能均匀分布。如有特殊需要可将混合均匀后的样品分装进样品袋或样品瓶中，贴好标签，密封保存，每份样品的保存量应为实验和分析用量的 3 倍。如无特殊需求，应在采集样品后尽快进行水分和干物质含量的测定。

5.5 分析步骤

5.5.1 参数确定-恒重的确定

恒重是指两次称量所得质量之差不得超过一定的允许误差。在《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89) 等重量分析法标准中，认为经烘干或灼烧的坩埚或沉淀，前后两次称重之差小于 0.2 mg (中国药典规定为 0.3 mg) 则达到了恒重。在《火电厂排水水质分析方

法》(DL/T 938-2005)标准中,恒重的定义为:连续两次烘干或灼烧后的质量,其差值不超过 ± 0.0004 g。在《土壤 干物质和水分的测定 重量法》(HJ 613-2011)标准中,恒重的定义为:样品烘干后两次连续称重,前后差值不超过最终测定质量的 0.1%即为恒重。不同的标准对恒重有不同的定义,其最终两次连续称量差值条件包括: ± 0.2 mg、 ± 0.01 g、 $\pm 1\%$ 、 ± 0.0004 g、 $\pm 0.1\%$ 共 5 种。具体如表 5-2 所示。

表 5-2 不同标准的恒重要求

标准号	标准名称	试样的制备	鲜样称样量/g	鲜样烘干方式及温度	鲜样恒重要求
GB 11901-89	水质 悬浮物的测定 重量法	/	/	烘干法, 103~105℃	恒重至 ± 0.2 mg
HJ/T 300-2007	固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法	挑除样品中的杂物,将采集的所有样品破碎,使样品颗粒全部通过 3 mm 孔径的筛	20~100 g	烘干法, 105℃	恒重至 ± 0.01 g
GB 5086.1-1997	固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法	5 mm 以下粒径	20~100 g	烘干法, 105℃	恒重至 ± 0.01 g
HJ 557-2010	固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法	挑除样品中的杂物,将采集的所有样品破碎,使样品颗粒全部通过 3 mm 孔径的筛	20~100 g	烘干法, 105℃	恒重至 ± 0.01 g
HJ/T 299-2007	固体废物浸出毒性 硫酸硝酸法	样品颗粒应可以通过9.5 mm 孔径的筛	50~100 g	烘干法, 105℃	恒重至 $\pm 1\%$
HJ 782-2016	固体废物 有机物的提取 加压流体萃取法	干燥、粉碎、均化和筛分成细小颗粒 (1 mm)	10	烘干法, 105℃ ± 2 ℃	恒重至 ± 0.01 g
DL/T 938-2005	火电厂排水水质分析方法	/	/	烘干法	恒重至 ± 0.0004 g
HJ 613-2011	土壤 干物质和水分的测定 重量法	风干土壤试样: 过 2 mm 样品筛	干: 10~15 g; 鲜: 30~40 g	烘干法, 105℃ ± 5 ℃	恒重至 $\pm 0.1\%$

在 ± 0.2 mg、 ± 0.01 g、 $\pm 1\%$ 、 ± 0.0004 g、 $\pm 0.1\%$ 五种恒重条件中,恒重条件 ± 0.2 mg和 ± 0.0004 g这两种由于出自水中目标物分析方法,其要求较固体废物目标物分析更为严格,综合考虑固体废物样品的复杂性以及配套标准的相应要求,本标准仅对另三种恒重条件(± 0.01 g、 $\pm 1\%$ 、 $\pm 0.1\%$)进行比较实验。用烘箱干燥法在三种不同恒重条件下,分别对 A、D、I、K、L 五种样品的水分进行测定,其结果如表 5-3 所示。

表 5-3 不同恒重条件下的烘箱干燥法测定结果

恒重条件	测定结果	样品编号				
		A	D	I	K	L
±0.01 g	水分 (%)	63.29	89.92	1.60	0.41	2.94
	烘干时间 (h)	73	28	66	10	26
	RSD (%)	2.5	0.31	9.7	12	2.7
±1%	水分 (%)	63.05	89.90	1.47	0.43	2.92
	烘干时间 (h)	28	10	10	6	22
	RSD (%)	2.6	0.32	11	9.4	1.4
±0.1%	水分 (%)	63.05	89.90	1.47	0.43	2.94
	烘干时间 (h)	28	10	10	6	26
	RSD (%)	2.6	0.32	11	9.4	2.7

结果表明，恒重条件±1%和恒重条件±0.1%的测定结果基本一致，测定时间基本一致，恒重条件±0.01 g 的测定时间最长，但测定结果与另两种恒重条件测定结果基本一致。为节省分析时间，可排除恒重条件±0.01 g。

根据 5 种样品的 6 次平行测定结果，利用相邻两次测定结果的差值除以两次中前一次的测定结果所得的减重比，与测定时间作图，见图 5-2。

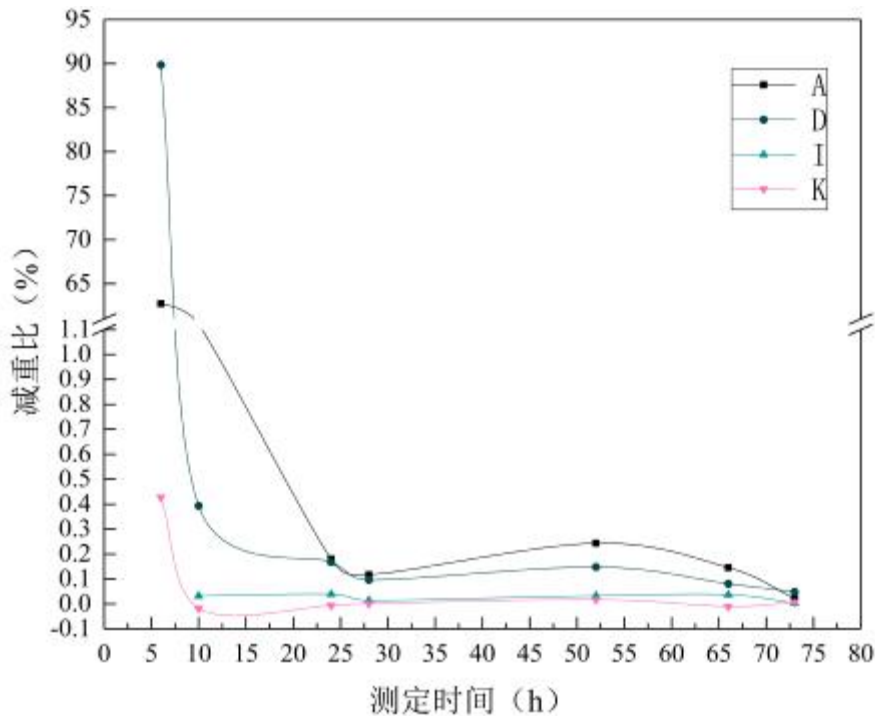


图 5-2 减重比与测定时间图

从图 5-2 可以看出，采用 1% 的定义时，样品在 10 h 左右全部能达到恒重，采用 0.1% 的定义时，全部样品都达到恒重需要近 70 个小时。考虑到固体废物水分测定精度要求相对宽松，为减少时间成本，同时考虑到与 HJ 299 等固体废物相关标准衔接，将本标准中的烘箱干燥法的恒重定义为样品烘干后，再以 4 h 烘干时间间隔对冷却后的样品进行两次连续称

重，前后差值不超过最终测定质量的 1%，此时的重量即为恒重。

对于微波干燥法和红外干燥法，根据仪器厂家的推荐参数及厂家的研究实验结论，微波干燥法以样品在微波水分测定仪持续干燥称重下，10 秒内质量变化不超过 0.2 mg，此时的重量即为恒重。红外干燥法以样品在红外水分测定仪持续干燥称重下，50 秒内质量变化不超过 1 mg，此时的重量即为恒重。

5.5.2 参数确定-称样量的确定

称样量作为重要影响因素，称样量少则基数小，从而导致测定结果偏差大；称样量多，可能导致样品内部干燥不完全，同样影响测定结果。选择合适的称样量，不仅能保证测定结果的准确性，同时能减少测定时间。根据《土壤 干物质和水分的测定 重量法》(HJ 613-2011)等相关标准将烘箱干燥法的称样量设置为 25.0 g、30.0 g、35.0 g、40.0 g、45.0 g，根据仪器参数要求，将红外干燥法的称样量设置为 3.00 g、5.00 g、7.00 g、9.00 g、11.00 g，将微波干燥法的称样量设置为 1.00 g、1.50g、2.00 g、2.50 g、3.00 g，分别对样品进行了水分的测定。

(1) 烘箱干燥法：烘箱干燥法的测定结果见表 5-4。

表 5-4 不同称样量的烘箱干燥法测定结果

样品代号	样品性质	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分含量结果的 RSD (%)
		25.0 g		30.0 g		35.0 g		40.0 g		45.0 g		
A	工业污水处理厂污泥	66.7	44	65.8	44	65.8	44	66.2	44	66.6	44	0.64
B	造纸污泥	62.4	44	63.2	44	63.0	44	62.2	48	63.3	48	0.78
C	废催化剂	7.3	52	7.0	52	7.1	48	6.9	48	7.3	48	2.5
D	生活污水处理厂污泥	84.5	44	84.6	44	84.3	44	84.0	44	84.1	44	0.30
E	尾砂库	18.6	44	19.4	44	18.5	44	18.7	44	18.8	44	1.9
F	冶炼废渣	14.1	44	14.3	44	14.1	44	14.7	44	14.2	44	1.7

样品代号	样品性质	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分 (%)	时间 (h)	水分含量结果的 RSD (%)
		25.0 g		30.0 g		35.0 g		40.0 g		45.0 g		
G	食品废料/酒渣	81.2	48	81.7	48	82.1	44	82.7	44	83.2	44	0.96
H	电镀废渣	26.1	48	25.9	48	25.8	44	25.3	44	26.0	44	1.2
I	焚烧废渣	14.8	48	14.9	44	14.8	44	15.0	44	14.6	44	1.0
J	焚烧废渣	18.1	44	17.8	44	17.9	44	17.8	44	17.7	44	0.85

由表 5-4 可知,称样量在 25.0 g~45.0 g 之间,固体废物水分基本稳定,相对标准偏差很小,在 0.30%~2.5%之间。说明在烘箱干燥法中称样量对于固体废物水分的测定影响不大。不同取样量的烘干时间也基本稳定在同一水平,考虑到与 HJ 299 等固体废物相关标准衔接,本标准将烘箱干燥法称样量范围定为:20~100 g。在实际测定中可以根据所用容器的大小以及样品的均质性选择合适的称样量。

(2) 微波干燥法:微波干燥法测定结果见表 5-5。采用微波快速水分分析仪器在干燥的过程中连续称量,仪器根据样品失重精确测定样品干燥时间、水分含量和干物质含量。

表 5-5 不同称样量的微波干燥法测定结果

样品代号	样品性质	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分含量结果的 RSD (%)
		1.00 g		1.50 g		2.00 g		2.50 g		3.00 g		
A	工业污水处理厂污泥	66.2	92	70.2	93	70.3	96	69.4	95	70.7	97	2.6
B	造纸污泥	61.2	90	61.7	94	63.2	90	62.1	95	63.3	94	1.5
C	废催化剂	6.8	75	8.7	76	7.4	72	7.8	77	8.2	76	9.4
D	生活污水处理厂污泥	82.5	108	82.0	105	82.1	106	82.0	109	81.5	108	0.43

样品代号	样品性质	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分 (%)	时间 (s)	水分含量结果的 RSD (%)
		1.00 g		1.50 g		2.00 g		2.50 g		3.00 g		
E	尾砂库	12.6	77	13.9	79	13.6	75	14.6	78	15.3	77	7.3
F	冶炼废渣	12.8	76	13.2	74	13.4	72	13.9	77	13.7	79	3.2
G	食品废料/酒渣	85.0	108	81.8	112	82.9	105	83.4	104	83.6	110	1.4
H	电镀废渣	22.6	79	24.2	81	22.9	85	23.2	82	22.7	86	2.8
I	焚烧废渣	13.7	70	13.5	72	14.7	70	14.4	74	15.4	72	5.4
J	焚烧废渣	16.6	72	16.4	75	17.4	71	18.6	70	18.0	74	5.3

由上表 5-5 可知，称样量在 1.00 g~3.00 g 之间，不同的称样量对低水分样品测定结果影响较大，对高水分样品测定结果影响较小，相对标准偏差范围在 0.43%~9.4% 之间。总体而言，随着称样量的增加，样品的水分和测定时间都无明显的规律性变化。因此，微波干燥法的称样量在 1.00~3.00 g 之间均可。

(3) 红外干燥法：红外干燥法的测定结果见表 5-6。

表 5-6 不同称样量的红外干燥法测定结果

样品代号	样品性质	不同称样量的水分含量 (%)					水分含量结果的 RSD (%)
		3.00 g	5.00 g	7.00 g	9.00 g	11.0 g	
A	工业污水处理厂污泥	64.8	65.5	65.9	65.3	66.2	0.83
B	造纸污泥	62.9	63.1	62.9	62.7	63.1	0.27
C	废催化剂	7.2	7.6	7.9	8.0	8.0	4.4
D	生活污水处理厂污泥	82.6	82.9	82.9	83.0	82.5	0.26
E	尾砂库	18.5	17.4	18.5	18.7	19.0	3.3
F	冶炼废渣	14.1	14.7	14.3	15.0	14.7	2.5
G	食品废料/酒渣	84.1	84.3	86.2	87.9	84.1	2.0
H	电镀废渣	24.4	24.2	23.8	24.4	24.1	1.0
I	焚烧废渣	13.4	14.8	15.4	14.7	15.0	5.1
J	焚烧废渣	18.5	17.4	18.5	18.7	19.0	3.3

由表 5-6 可知，称样量在 3.00 g~11.0 g 之间，固体废物水分基本稳定，相对标准偏差在 0.26%~5.1% 之间。称样量在 3.00 g~11.0 g 区间内，对水分的测定结果与称样量无显著相关性。

红外干燥法测定固体废物水分时，将样品称样量与样品的测定时间作图，结果如图 5-3。

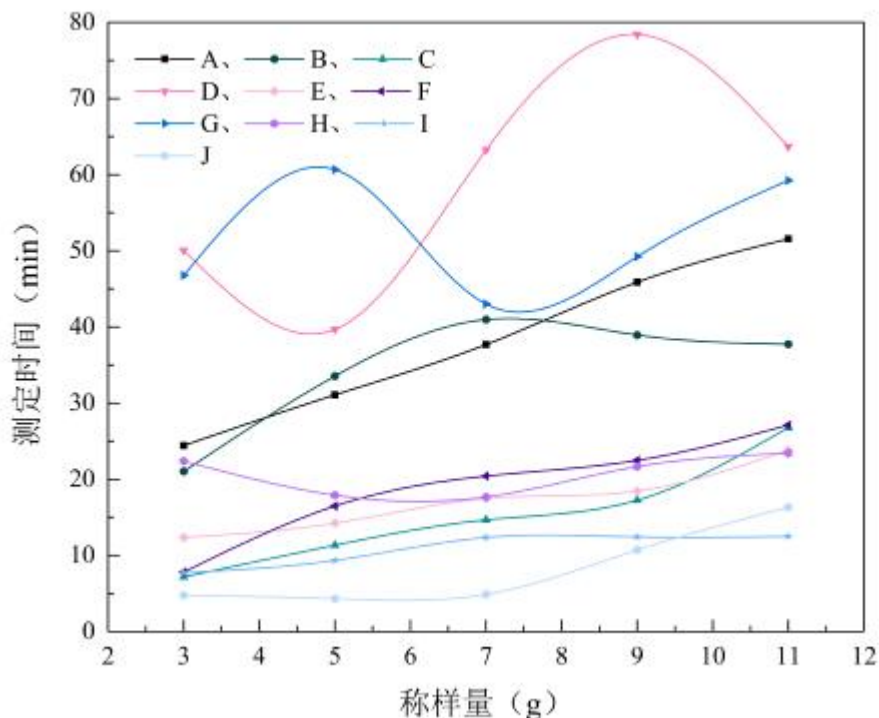


图 5-3 红外干燥法测定称样量-测定时间图

从图 5-3 可以看出，红外干燥法测定样品，除某污水处理厂（D）和某啤酒（衡阳）有限公司（G）的样品外，其余样品基本在称样量为 3.00 g 的时候测定时间最小，基于缩短分析时间考虑，可将红外干燥法的最佳称样量设定为 3 g 左右。

5.5.3 参数确定-测定时间的确定与优化

测定时间是水分测定的主要因素，在保证测定结果的前提下，最大限度的缩短测定时间有利于分析工作高效快速的开展。传统烘干法测定水分所需时间最长，约 8 h~48 h。微波干燥法测定水分的时间最短，约 1 min~2 min。红外干燥法测定水分所需时间相对较长，约 4 min~90 min。

(1) 烘箱干燥法

将每个样品称取 30.0 g 进行水分的测定，在烘干 0.5 h~28 h 时选取 8 个时间点进行水分测定，每个样品平行 3 次，记录平均值，根据测定结果绘制时间-水分图，见图 5-4。

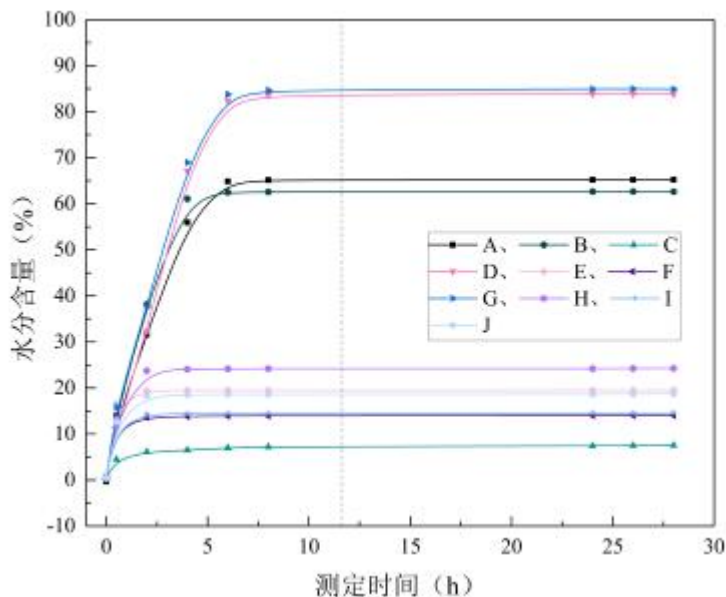


图 5-4 烘箱干燥法测定时间-水分图

根据测定结果可知，烘箱干燥法测定不同种类的固体废物样品，在 12 h 左右，所有样品的水分基本稳定。因此，在分析实验时，可考虑先将样品放置烘箱 12 h 后，再以 4 h 为时间间隔进行样品的称量测定，以减少工作量，提高效率。

(2) 微波干燥法

同样的将每个样品称取 2.50 g 进行水分的测定，分别在烘干 5 s、10 s、20 s、30 s、40 s、60 s、80 s、100 s、120 s、150 s、180 s.....（一直记录到样品终点为止）时进行水分记录，每个样品平行测定 3 次，记录平均值，根据测定结果绘制时间-水分图，结果见图 5-5。

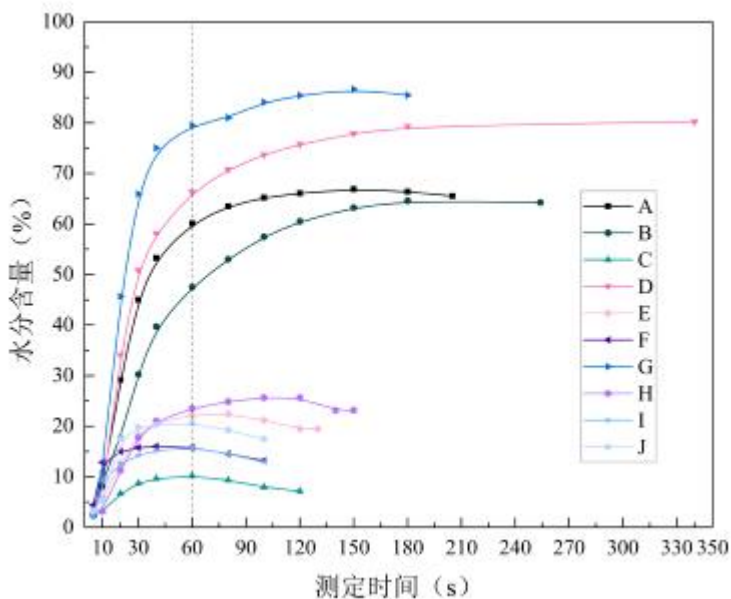


图 5-5 微波干燥法测定时间-水分图

根据测定结果可知，微波干燥法测定不同种类的固体废物样品，在 60 s 左右，样品的水分基本稳定。由于各个样品的测定时间均少于 2 min，测定时间较短，为保证测定结果的准确性，编制组不对微波干燥法的测定时间进行优化。

(3) 红外干燥法

当样品称样量在 3.00 g 时，分别记录样品烘干 0.5 min、1 min、1.5 min、2 min、3 min、4 min、5 min、6 min、7 min……（一直记录到样品测定终点为止）时的水分，每个样品平行测定 3 次，记录平均值，根据测定结果绘制时间-水分图，结果见图 5-6。

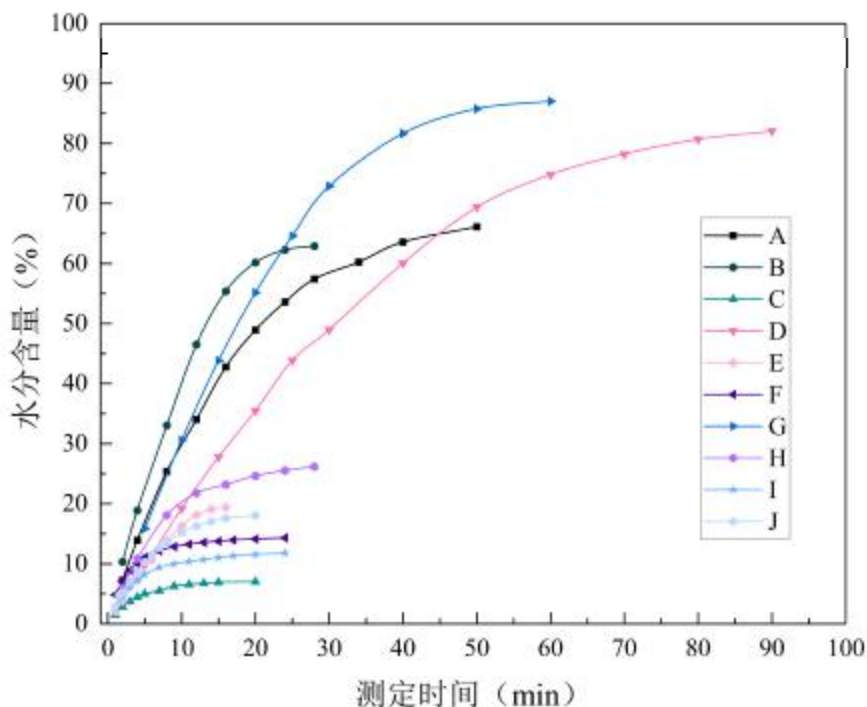


图 5-6 红外干燥法测定时间-水分图

根据测定结果可知，红外干燥法测定不同种类的固体废物样品，样品恒重时间也有很大差异，一般水分较高的样品，恒重所需时间更长。鉴于不同样品的测定时间差异较大，并且红外水分测定仪可以直接读取样品的水分，没有增加人为工作量，编制组不再对红外干燥法进行分析时间的优化。

5.5.4 三种方法的比对

采用优化后的 3 种方法的最佳称样量和测定时间分析实际样品，将 3 种方法不同样品的测定结果进行统计分析，比较 3 种方法的差异性。3 种方法的测定数据如表 5-7 所示。

表 5-7 三种方法不同样品的测定结果

样品编号	A (%)	B (%)	C (%)	D (%)	E (%)	F (%)	G (%)	H (%)	I (%)	J (%)
烘箱干燥法	66	62	6.9	84	19	15	83	25	15	18
微波干燥法	69	62	7.8	82	15	14	83	23	14	19
红外干燥法	65	63	7.2	83	19	14	84	24	13	19

将数据进行 T 检验，比较差异性，结果如表 5-8 所示。

表 5-8 三种方法不同样品的测定结果差异性分析

烘箱-红外	P	0.993	显著性 (单侧)	0.491	显著性 (双侧)	0.983
烘箱-微波		0.961		0.488		1.970
红外-微波		0.968		0.497		0.994

由统计结果可知, 在 0.05 的显著性水平上, 烘箱干燥法、微波干燥法和红外干燥法测定结果具有较强的相关性, 不存在显著性差异。

5.5.5 方法的精密度

综合考虑本标准配套标准的要求以及水分含量分布情况, 编制组选择了水分含量极低 (样品 K)、低 (样品 I、L)、中等 (样品 A)、较高 (样品 D) 的五种实际样品用三种方法进行了精密度实验, 精密度实验结果见表 5-9。

表 5-9 三种样品精密度测试结果

测定方法	样品编号	测定结果 (%)						平均值 \bar{x}_i (%)	标准偏差 S_i (%)	相对标准偏差 RSD_i (%)
		1	2	3	4	5	6			
烘箱干燥法	A	62.9	60.0	63.9	63.5	64.6	63.2	63.0	1.60	2.5
	D	90.3	89.7	90.0	90.1	89.6	89.8	89.9	0.28	0.31
	I	1.48	1.20	1.54	1.60	1.64	1.38	1.47	0.16	11
	K	0.42	0.38	0.40	0.38	0.38	0.51	0.41	0.05	12
	L	2.85	2.88	2.94	2.95	2.99	2.95	2.93	0.05	1.8
微波干燥法	A	59.0	59.0	65.6	60.7	57.9	65.1	61.2	3.33	5.4
	D	87.6	87.8	89.2	89.1	89.9	89.6	88.9	0.95	1.1
	I	1.08	1.42	1.43	0.97	1.13	1.32	1.23	0.19	16
	K	0.29	0.39	0.45	0.29	0.29	0.40	0.35	0.07	20
	L	1.62	1.95	2.67	2.28	3.11	2.36	2.33	0.52	22
红外干燥法	A	60.2	61.0	56.3	58.3	55.2	54.6	57.6	2.66	4.6
	D	87.2	91.1	82.5	85.7	89.3	80.6	86.1	4.00	4.6
	I	1.16	1.37	1.77	1.84	1.52	1.87	1.59	0.29	18
	K	0.63	0.53	0.56	0.62	0.63	0.58	0.59	0.04	6.8
	L	4.26	3.80	3.48	3.33	3.41	3.54	3.64	0.34	9.5

精密度测试结果显示, 样品 A 的相对标准偏差范围为 2.5%~5.4%, 样品 D 的相对标准偏差范围为 0.31%~4.6%, 样品 I 的相对标准偏差范围为 11%~18%, 样品 K 的相对标准偏差范围为 6.8%~20%, 样品 L 的相对标准偏差范围为 1.8%~22%。烘箱干燥法的整体相对标准偏差范围为 0.31%~12%, 微波干燥法的整体相对标准偏差范围为 1.1%~22%, 红外干燥法的整体相对标准偏差范围为 4.6%~18%。

结果显示, 样品水分含量越高, 样品测定的精密度越好, 样品水分含量越低, 样品测定的精密度越差。三种方法中, 烘箱干燥法的精密度最好, 微波干燥法和红外干燥法测定低水分含量的样品时精密度稍差。

5.5.6 烘箱干燥法分析步骤

根据以上条件确定试验结果，确定烘箱干燥法的分析步骤如下：

(1) 将具盖容器和盖子于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘干 1 h，然后置于干燥器中冷却至常温，测定带盖容器的质量 m_0 （精确至 0.01 g）。

(2) 用样品勺将 20~100 g 固体废物样品平铺至已称重的具盖容器中，盖上容器盖，测定总质量 m_1 （精确至 0.01 g）。

(3) 打开容器盖，将容器、容器盖和固体废物样品一并放入烘箱中，在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干 4 小时。盖上容器盖，拿出样品，置于干燥器中冷却至常温，取出后立即测定带盖容器和烘干样品的总质量 m_n （精确至 0.01 g）。

(4) 重复步骤 (3)，直至恒重，停止测量，计算样品的水分和干物质含量。（可以根据样品水分含量情况，直接烘干 12 h 后，再以 4 h 为时间间隔进行测定。）

5.5.7 微波干燥法分析步骤

按照仪器操作说明，设置仪器参数（包括功率和终点确定模式等），温度范围为 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，用样品勺取适量的样品平铺在仪器的进样盘上，盖上仪器盖，运行测定，并读数。

微波水分测定仪，仪器推荐条件为：功率 100%，最大运行时间 10 min，最高温度 110°C ，最小称样量 1.00 g，最大称样量 3.00 g，终点判断：样品质量变化不超过 0.2 mg/10 s。

5.5.8 红外干燥法分析步骤

按照仪器操作说明，设置仪器参数，温度范围为 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，用样品勺取适量的样品（根据仪器要求选择合适的称样量，建议称样量为 3 g 左右）平铺入仪器的进样盘上，盖上仪器盖，运行测定，并读数。

红外水分测定仪，仪器推荐条件为：标准程序，功率 100%，终点判断：样品质量变化不超过 1 mg/50 s。

5.6 结果计算与表示

5.6.1 结果计算

固体废物样品中水分含量 w_{H_2O} 和干物质含量 w_{dm} ，按照公式 (1) 和 (2) 进行计算：

$$w_{H_2O} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100 \quad (1)$$

$$w_{dm} = 100 - w_{H_2O} \quad (2)$$

式中： w_{H_2O} ——固体废物样品中的水分，%；

w_{dm} ——固体废物样品中的干物质含量，%；

m_0 ——带盖容器的质量，g；

m_1 ——带盖容器及烘干前固体废物样品的总质量，g；

m_2 ——带盖容器及烘干至恒重的样品的总质量，g。

5.6.2 结果表示

测定结果保留至整数位，测定结果小于 1%时，以“<1%”表述。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 选取验证实验室

组织 8 家实验室进行实验方法验证，见表 6-1，其中参与烘箱干燥法验证的实验室为 7 家，分别为北京市环境保护监测中心、天津市环境监测中心、江西省环境监测中心站、广西壮族自治区环境监测中心站、环境保护部华南环境科学研究所、济源市环境监测站、广电计量检测（湖南）有限公司、湖南正信检测技术有限公司。参与微波干燥法验证的实验室为 2 家，分别为北京市环境保护监测中心和江西省环境监测中心站。参与红外干燥法验证的实验室为 1 家，为广西壮族自治区环境监测中心站。上述实验室的选择主要考虑因素包括影响方法精密度的主要因素、数理统计学的要求和市面主要水分测定仪器设备分布。实验室分析人员均具有中等以上操作水平和较长时间从事水分分析的实验经验。

表 6-1 验证实验室和验证方法情况

验证单位	验证方法	备注
北京市环境保护监测中心	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input checked="" type="checkbox"/> 微波法	
天津市环境监测中心	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	
江西省环境监测中心站	<input type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input checked="" type="checkbox"/> 微波法	
广西壮族自治区环境监测中心站	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input checked="" type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	
环境保护部华南环境科学研究所	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	
济源市环境监测站	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	
广电计量检测（湖南）有限公司	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	
湖南正信检测技术有限公司	<input checked="" type="checkbox"/> 烘箱法 <input type="checkbox"/> 红外法 <input type="checkbox"/> 微波法	

6.1.2 确定验证方案

6.1.2.1 样品选择

本标准配套标准《生活垃圾填埋场污染控制标准》GB16889-2008）中明确规定生活垃圾焚烧飞灰水分小于 30%、生活污水处理厂污泥处理后水分小于 60%方可进入生活垃圾填埋场填埋处置。根据此要求，编制组从采集的样品中挑选三种不同浓度、种类的焚烧废渣和污泥实际样品进行方法验证。样品选择如表 6-2 所示。

表 6-2 验证实际样品种类

编号	采样企业	样品性质	水分 (%)
I	衡阳某环保垃圾焚烧场	焚烧废渣	8
A	湘乡某工业园污水处理厂	工业污水处理厂污泥	68
D	某污水处理厂	生活污水处理厂污泥	85

6.1.2.2 试样的制备

根据固体废物的处置要求和评价要求进行试样制备。一般情况下，可直接取样测定，如有干燥、制样要求参照 HJ/T 20 的相关规定进行固体废物样品的制备。

6.1.2.3 样品的测定

烘箱干燥法的测定：按照 5.5.6 节的测定步骤，称取 40.0 g 左右固体废物样品进行测定，平行测定 6 次。

微波干燥法的测定和红外干燥法的测定：按照 5.5.7 节的测定步骤，微波干燥法称取 2.5 g 左右固体废物样品进行测定，红外干燥法称取 3 g 左右固体废物样品进行测定，分别平行测定 6 次。

6.1.2.4 精密度

由于目前不存在固体废物水分标准样品，而水分受保存时间、环境和温度等因素的影响较大，无法进行实验室间的比对。结合开题时专家组讨论给出的建议，本标准仅对重复性（精密度）进行验证。

各实验室对 3 种不同含量水平的统一实际样品平行测定 6 次，分别计算不同浓度或含量样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差等各项参数。

6.2 方法验证过程

标准编制组按照验证方案准备好统一样品及方法验证报告表等分发各验证单位。与验证单位确定验证时间，8 家验证单位的验证时间基本同步。要求在进行方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉掌握方法原理，操作步骤，方法验证过程所用的材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求，进行数据记录和处理，按照 HJ 168 的要求完成方法验证报告。

6.3 方法验证结论

6.3.1 烘箱干燥法验证结论

7 家验证实验室与标准编制组用烘箱干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（A 水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（I 水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（D 水分含量约：85%）样品进行了 6 次重复测定，实验室内标准偏差范围分别为 0.05%~1.60%、0.14%~0.69%、0.13%~0.44%；实验室内相对标准偏差范围分别为 0.08%~2.5%、1.7%~11%、0.15%~0.50%，具体数据见 5.5.5 节和验证报告附表 2-1。

6.3.2 微波干燥法验证结论

2 家验证实验室与标准编制组用微波干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（A 水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（I 水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（D 水分含量约：85%）样品进行了 6 次重复测定，实验室内标准偏差范围分别为 0.29%~3.33%、0.15%~0.23%、0.65%~0.95%；实验室内相对标准偏差范围分别为 0.42%~5.4%、1.8%~16%、0.78%~1.1%，具体数据见 5.5.5 节和验证报告附表 2-3。

6.3.3 红外干燥法验证结论

1 家验证实验室与标准编制组用红外干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（A 水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（I 水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（D 水分含量约：85%）样品进行了 6 次重复测定，实验室内标准偏差范围分别为 0.21%~2.66%、0.11%~0.29%、0.17%~4.00%；实验室内相对标准偏差范围分别为 0.31%~4.6%、1.2%~18%、0.20%~4.6%，具体数据见 5.5.5 节和验证报告附表 2-2。

6.3.4 总体结论

三种方法在实验室间均表现出较好的精密度，各种方法均有优缺点：烘箱干燥法仪器普遍，价格低廉，适合大多数实验室大批量进行分析测试，缺点为测试所需时间较长；微波干燥法在三种方法中测试样品速度最快，但仪器价格最高，且不能进行高有机物含量样品的测试；红外干燥法测试时间成本和仪器成本在烘箱干燥法和微波干燥法之间。实验室可根据自身实验条件选择合适的实验方法。该方法满足相关环境保护标准中水分测试的需求。

7 参考文献

- [1] 姚耀. 我国研究固体废物分类标准及技术[J]. 再生资源与循环经济, 2008 (6) : 10
- [2] 张继月. 中国固体废物分类管理研究[D]. 北京化工大学, 2009
- [3] 陈晓凌. 基于成分分析的工业固体废物分类技术[J]. 科技致富向导, 2013 (17)
- [4] 王韧. 工业有害固体废物的定义和分类[J]. 环境污染与防治, 1984 (2) : 9-13
- [5] 张立剑. 固体废物的分类和环境影响及污染防治措施[J]. 硅谷, 2013 (2) : 223-223
- [6] GB16889-2008 生活垃圾填埋场污染控制标准
- [7] GB8172-87 城镇垃圾农用控制标准

- [8] NY 525-2002 有机肥料标准
- [9] GB5085.3-2007 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别
- [10] ISO 4470-1981 锯材 批量平均含水率的测定
- [11] ISO 3130-1975 木材 物理力学试验的含水率测定
- [12] ISO 11465-1993 土壤质量, 用重力测量法测定一个质量基上的干物质和水的含量
- [13] JIS A1803-2009 混凝土生产控制的试验方法 粗集料的表面含水率的试验方法
- [14] JIS A1802-2009 混凝土生产控制的试验方法 用离心力对细集料表面含水率的试验方法
- [15] JIS A1125-2007 干燥法测定集料的含水量及表面湿度的试验方法
- [16] JIS A1476-2006 用高温干燥法测定建筑材料含湿率的测量方法
- [17] JIS A1161-1994 多孔混凝土的体积比重、含水率、吸水率及抗压强度的试验方法
- [18] DINISO16586-2006 土质 在已知毛体积干密度基础上测定为体积分数的土壤含水量 重量分析法
- [19] NF X31-102-1994 土质 以质量为基础测定干物质和水含量 重力测量法
- [20] ASTM C566-2013 利用干燥法测定集料总挥发水分含量的标准试验方法
- [21] ASTM D2974-2013 测定泥炭和其他有机土壤的水分、灰分和有机物质用标准试验方法
- [22] ASTM C272/C272M-2012 夹层构造用芯材吸水率标准试验方法
- [23] ASTM C140-2011 混凝土砌块及相关砌块取样和测试的标准试验方法
- [24] ASTM D6938-2010 核方法(浅深度)测定土壤和土集料的现场密度和含水率的标准试验方法
- [25] ASTM D2495-2007 (2012) 用烘干法测定棉花中水分的标准试验方法
- [26] ASTM C1616-2007 (2012) 用重量法测定有机和无机绝缘材料的含水量的标准试验方法
- [27] GB/T 5486.3-2001 无机硬质绝热制品试验方法密度、含水率及吸水率
- [28] GB/T 9995-1997 纺织材料含水率和回潮率的测定 烘箱干燥法
- [29] GB/T 11970-1997 加气混凝土体积密度、含水率和吸水率试验方法
- [30] GB/T 5883-1986 苧麻回潮率、含水率试验方法
- [31] GB/T 23561.6-2009 煤和岩石物理力学性质测定方法 第6部分:煤和岩石含水率测定方法
- [32] GB/T 1931-2009 木材含水率测定方法
- [33] GB/T 22838.8-2009 卷烟和滤棒物理性能的测定 第8部分:含水率
- [34] GB/T 9914.1-2013 增强制品试验方法 第1部分:含水率的测定
- [35] GB/T 17657-2013 人造板及饰面人造板理化性能试验方法(4.3 含水率测定)
- [36] GB/T 12626.6-1990 硬质纤维板含水率的测定
- [37] FZ/T 50031-2015 碳纤维 含水率和饱和吸水率试验方法
- [38] QB/T 2434-2012 日用陶瓷原料含水率测定方法
- [39] JB/T 9014.5-19997 连续输送设备散粒物料湿度(含水率)的测定
- [40] MT/T 43-1987 岩石含水率测定方法
- [41] SL 237-007-1999 土工试验规程-界限含水率试验

- [42] SL 237-061-1999 土工试验规程-化学分析试样风干含水率试验
- [43] SL 237-034-1999 土工试验规程-冻土含水率试验
- [44] HJ 613-2011 土壤 干物质和水分的测定 重量法
- [45] FZ/T 90082.3-1995 有梭织机用层压木侧板和投梭棒物理力学试验方法 含水率
- [46] 曾其蕴, 鲍贤镨. 木材含水率测定方法的比较研究[J]. 木材工业, 1990, 5 (4) : 20-23
- [47] 张虎元等. 微波炉法测定遗址土含水率的可靠性研究[J]. 2012, 33 (2) : 65-70
- [48] 蔡璐等. 污泥堆肥含水率监测方法的选择与探讨[J]. 环境科学学报, 2012, 32 (6) : 1281-1288
- [49] 蔡璐等. 污泥好氧生物发酵过程的含水率原位监测方法[J]. 中国给水排水, 2012, 28 (13) : 145-148
- [50] 张慧, 乙小娟, 周璐. 用红外水分测定仪快速测定食品中的水分[J]. 食品科学, 2006, 27 (6) : 174-176
- [51] 涂玉娟, 黄攀攀. 卤素快速水分测定仪对污泥含水率测定的适用性[J]. 净水技术, 2016, 35 (6) : 67-70
- [52] 曹艳峰, 陆丁伟, 周章华. 烘箱法和卤素水分测定仪法方法比较[J]. 山西建筑, 2013, 39 (21) : 134-135
- [53] HJ/T 176 危险废物集中焚烧处置工程建设技术规范
- [54] GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准
- [55] HJ 561-2010 危险废物(含医疗废物)焚烧处置设施性能测试技术规范
- [56] HJ/T 177-2005 医疗废物集中焚烧处置工程建设技术规范
- [57] GB 18598-2001 危险废物填埋污染控制标准
- [58] GB 18484-2001 危险废物焚烧污染控制标准
- [59] GB/T 23486-2009 城镇污水处理厂污泥处置 园林绿化用泥质
- [60] GB/T 24600-2009 城镇污水处理厂污泥处置 土地改良用泥质
- [61] GB/T 23485-2009 城镇污水处理厂污泥处置 混合填埋用泥质
- [62] DL/T 938-2005 火电厂排水水质分析方法

方法验证报告

方法名称：固体废物 水分和干物质含量的测定 重量法

项目主编单位：湖南大学、湖南省生态环境监测中心

验证单位：北京市环境保护监测中心、天津市环境监测中心、江西省环境监测中心站、广西壮族自治区环境监测中心站、环境保护部华南环境科学研究所、济源市环境监测站、广电计量检测（湖南）有限公司、湖南正信检测技术有限公司

项目负责人及职称：潘海婷（高级工程师）

通讯地址：湖南省长沙市雨花区万家丽中路三段 118 号

电 话：13657447447

报告编写人及职称：龙雯琪（工程师）

报告日期：2019 年 1 月 2 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

参加验证的8家单位分别为1--北京市环境保护监测中心、2--天津市环境监测中心、3--江西省环境监测中心站、4--广西壮族自治区环境监测中心站、5--环境保护部华南环境科学研究所、6--济源市环境监测站、7--广电计量检测(湖南)有限公司、8--湖南正信检测技术有限公司。

附表 1-1 参加验证的人员情况登记表

实验室编号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
1	陈维	女	35	高工	分析化学	13
2	李静	女	32	工程师	资源环境科学	9
	郭晶晶	女	34	工程师	环境工程	7
3	张慧敏	女	29	中级工程师	环境科学	5
4	叶开晓	女	33	工程师	化学	9
	梅瀚云	女	31	工程师	化学工艺	5
5	陈爽燕	女	27	助理工程师	环境科学	5
	谢丹平	男	38	高级工程师	环境科学	3
	齐剑英	男	40	研究员	环境化学	15
	陈晓燕	女	37	工程师	环境科学	14
6	赵小学	男	36	高工	环境科学	10
	毕越	女	27	助工	环境工程	5
	李京武	男	29	助工	测控技术与仪器	6
7	刘杰	男	30	/	生物化工	8
	易田芳	女	27	助理工程师	化学工程与工艺	5
	向勇	男	33	主管/助理工程师	环境工程	10
	彭礼枚	女	35	副主任/中级工程师	分析化学	7
	卢光磊	女	34	副经理/中级工程师	化学工艺	7
8	杨建平	男	31	技术负责人	化学工程与工艺	7
	尹建	男	23	技术员	化学工程与工艺	2
	杨家胤	男	25	技术主管	化学工程与工艺	3

附表 1-2 使用仪器情况登记表

实验室 编号	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
1	电热鼓风干燥箱	DHG-9070A	111119010	校准, 控温范围: RT+10~250℃; 控温精度: ±1.0℃
	电子天平	XP205	1127300486	检定
	微波水分/固形物测定仪	SMART SYSTEMS	SL 7552	校准
2	电热鼓风干燥箱	DL-101-1BS	20978	良好
	电子分析天平	CPA225D	24190372	良好
3	微波水分测定仪	SMART Twbo	SS286	量程 0-100%, 灵敏度 0.01
4	鼓风干燥箱	OF-22G	2420010	检定合格, 有效期 2017 年 3 月 21 日-2018 年 3 月 20 日
	卤素水分测定仪	HX204	2405020	检定合格, 有效期 2017 年 3 月 22 日-2018 年 3 月 21 日
	电子天平	AB204-S	2004010	检定合格, 有效期 2017 年 3 月 22 日-2018 年 3 月 21 日
5	鼓风干燥箱	GZX-9246MBE	6029	控温范围: 室温 +5℃~300℃, 控温精度: ±1℃
	分析天平	AB204-S	1121393772	计量/校准合格
6	电热恒温鼓风干燥箱	DHG-905385-III(新苗)	K0707332038	检定
	分析天平	PL602-L(梅特勒)	B138262943	检定
7	鼓风干燥箱	DHG-9240A	140919675	校准周期内, 运行良好
	电子天平	ME204E	B422654718	检定周期内, 运行良好
8	电热鼓风干燥箱	GZX-DH-600-II	ZX-019	检定合格
	万分之一电子天平	BSA124S	ZX-015	检定合格

1.2 方法精密度测试数据

1.2.1 烘箱干燥法精密度测试数据

各验证实验室的方法精密度数据见附表 1-3-1 至附表 1-3-7。样品 A 为湘乡某工业园污水处理厂工业污泥；样品 I 为衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣；样品 D 为某污水处理厂生活污水污泥。

附表 1-3-1 精密度测试数据

验证单位：北京市环境保护监测中心

测试日期：2018.01.08~2018.01.09

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	69.5	10.4	84.9
	2	69.5	9.64	85.2
	3	69.4	9.07	84.8
	4	69.7	8.80	84.7
	5	69.3	9.09	85.0
	6	69.7	10.1	84.8
平均值 \bar{x}_i (%)		69.5	9.52	84.9
标准偏差 S_i (%)		0.16	0.64	0.18
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.23	6.7	0.21

注：i 为实验室编号。

附表 1-3-2 精密度测试数据

验证单位：天津市环境监测中心

测试日期：2017.12.25

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	67.9	10.7	85.1
	2	67.9	11.0	85.6
	3	67.8	11.0	85.1
	4	67.6	10.5	85.9
	5	67.7	10.6	85.2
	6	67.5	10.8	85.3
平均值 \bar{x}_i (%)		67.7	10.8	85.4
标准偏差 S_i (%)		0.16	0.21	0.32
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.24	1.9	0.37

注：i 为实验室编号。

附表 1-3-3 精密度测试数据

验证单证：广西壮族自治区环境监测中心站

测试日期：2017.12.20

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	69.7	8.6	85.2
	2	69.7	8.1	85.1
	3	69.4	8.3	85.0
	4	69.6	8.8	84.9
	5	69.5	8.6	85.2
	6	69.7	9.1	84.9
平均值 \bar{x}_i (%)		69.6	8.6	85.0
标准偏差 S_i (%)		0.12	0.32	0.13
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.17	3.7	0.15

注：i 为实验室编号。

附表 1-3-4 精密度测试数据

验证单位：环境保护部华南环境科学研究所

测试日期：2018.01.04

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	69.1	8.0	85.2
	2	69.6	8.2	85.0
	3	69.3	7.9	84.8
	4	69.0	8.0	85.1
	5	69.0	7.8	85.1
	6	69.0	7.9	85.3
平均值 \bar{x}_i (%)		69.2	8.0	85.1
标准偏差 S_i (%)		0.22	0.14	0.17
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.33	1.7	0.24

注：i 为实验室编号。

附表 1-3-5 精密度测试数据

验证单证：济源市环境监测站

测试日期：2017.12.15~2017.12.16

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.2	7.7	84.6
	2	68.2	8.7	85.1
	3	68.4	8.1	84.7
	4	68.3	8.9	84.9
	5	68.3	8.5	85.0
	6	68.2	9.9	85.0
平均值 \bar{x}_i (%)		68.3	8.6	84.9
标准偏差 S_i (%)		0.08	0.69	0.20
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.13	8.0	0.23

注：i 为实验室编号。

附表 1-3-6 精密度测试数据

验证单位: 广电计量检测(湖南)有限公司测试日期: 2017.12.19

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.2	4.4	86.3
	2	68.2	4.6	85.7
	3	68.1	4.2	86.4
	4	68.1	4.3	86.5
	5	68.2	4.4	87.0
	6	68.2	4.3	86.8
平均值 \bar{x}_i (%)		68.2	4.3	86.4
标准偏差 S_i (%)		0.05	0.14	0.44
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.08	3.1	0.50

注: i 为实验室编号。

附表 1-3-7 精密度测试数据

验证单位: 湖南正信检测技术有限公司测试日期: 2017.12.22

烘箱法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.5	9.3	68.5
	2	66.9	9.6	66.9
	3	67.3	9.5	67.3
	4	67.9	9.5	67.9
	5	68.6	9.8	68.6
	6	68.4	9.8	68.4
平均值 \bar{x}_i (%)		67.9	9.6	67.9
标准偏差 S_i (%)		0.70	0.19	0.70
相对标准偏差 RSD_i (%)		1.0	2.0	1.0

注: i 为实验室编号。

1.2.2 微波干燥法精密度实验

各验证实验室的微波干燥法方法精密度数据见附表 1-4-1 至 1-4-2。

附表 1-4-1 精密度测试数据

验证单位: 北京市环境保护监测中心测试日期: 2018.01.08~2018.01.09

微波法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.3	10.5	84.2
	2	68.8	10.5	83.3
	3	68.8	10.8	83.4
	4	68.1	10.1	83.7
	5	68.3	10.6	84.7
	6	68.7	10.6	84.8
平均值 \bar{x}_i (%)		68.5	10.5	84.0
标准偏差 S_i (%)		0.29	0.23	0.65
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.42	2.2	0.78

注：i 为实验室编号。

附表 1-4-2 精密度测试数据

验证单位：江西省环境监测中心站

测试日期：2017.12.18

微波法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.75	8.34	85.41
	2	67.74	8.47	83.60
	3	68.27	8.39	85.27
	4	69.18	8.53	85.04
	5	68.42	8.10	85.40
	6	68.78	8.33	83.64
平均值 \bar{x}_i (%)		68.52	8.36	84.73
标准偏差 S_i (%)		0.50	0.15	0.87
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.73	1.8	1.0

注：i 为实验室编号。

1.2.3 红外干燥法精密度实验

验证实验室的方法精密度数据见附表 1-5。

附表 1-5 精密度测试数据

验证单证：广西壮族自治区环境监测中心站

测试日期：2017.12.20.

红外法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.7	9.1	84.5
	2	68.8	9.3	84.5
	3	68.6	9.3	84.8

红外法	试样		
	A	I	D
4	68.7	9.1	84.9
5	69.2	9.0	84.7
6	69.0	9.1	84.9
平均值 \bar{x}_i (%)	68.8	9.2	84.7
标准偏差 S_i (%)	0.21	0.11	0.17
相对标准偏差 RSD_i (%)	0.31	1.2	0.20

注：i 为实验室编号。

2 方法精密度汇总

2.1 烘箱干燥法方法精密度汇总

附表 2-1 烘箱干燥法-精密度测试数据汇总表

实验室号	A			I			D		
	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)
1	69.5	0.16	0.23	9.5	0.64	6.7	84.9	0.18	0.21
2	67.7	0.16	0.24	10.8	0.21	1.9	85.4	0.32	0.37
4	69.6	0.12	0.17	8.6	0.32	3.7	85.0	0.13	0.15
5	69.2	0.22	0.33	8.0	0.14	1.7	85.1	0.17	0.24
6	68.3	0.08	0.13	8.6	0.69	8.0	84.9	0.20	0.23
7	68.2	0.05	0.08	4.3	0.14	3.1	86.4	0.44	0.50
8	67.9	0.70	1.0	9.6	0.19	2.0	84.5	0.13	0.16
$\bar{\bar{x}}$ (%)	68.6			8.5			85.2		
S 范围	0.05%~0.70%			0.14%~0.69%			0.13%~0.44%		
RSD 范围	0.08%~1.0%			1.7%~8.0%			0.15%~0.50%		

7 家验证实验室用烘箱干燥法对水分含量约为 8%、68%和 85%的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内标准偏差范围分别为 0.14%~0.69%、0.05%~0.70%和 0.13%~0.44%，实验室内相对标准偏差范围分别为 1.7%~8.0%、0.08%~1.0%和 0.15%~0.50%。

编制组用烘箱干燥法对水分含量约为 68%、85%、8%、0.4%、2.9%的 5 种样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.5%、0.31%、11%、12%和 1.8%。

2.2 微波干燥法方法精密度汇总

附表 2-2 微波干燥法-精密度测试数据汇总表

实验室号	A			I			D		
	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)
1	68.5	0.29	0.42	10.5	0.23	2.2	84.0	0.65	0.78
3	68.5	0.50	0.73	8.4	0.15	1.8	84.7	0.87	1.0

实验室号	A			I			D		
	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)	\bar{x} (%)	S (%)	RSD (%)
\bar{X} (%)	68.5			9.4			84.4		
S 范围	0.29%~0.50%			0.15%~0.23%			0.65%~0.87%		
RSD 范围	0.42%~0.73%			1.8%~2.2%			0.78%~1.0%		

2 家验证实验室用微波干燥法对水分含量约为 8%、68% 和 85% 的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内标准偏差范围分别为 0.15%~0.23%、0.29%~0.50% 和 0.65%~0.87%，实验室内相对标准偏差范围分别为 1.8%~2.2%、0.42%~0.73% 和 0.78%~1.0%。

编制组用微波干燥法对水分含量约为 68%、85%、8%、0.4%、2.9% 的 5 种样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 5.4%、1.1%、16%、20% 和 22%。

2.3 红外干燥法方法精密度汇总

附表 2-3 红外干燥法-精密度测试数据汇总表

红外干燥法		试样		
		A	I	D
测定结果 (%)	1	68.7	9.1	84.5
	2	68.8	9.3	84.5
	3	68.6	9.3	84.8
	4	68.7	9.1	84.9
	5	69.2	9.0	84.7
	6	69.0	9.1	84.9
平均值 \bar{x}_i (%)		68.8	9.2	84.7
标准偏差 S_i (%)		0.21	0.11	0.17
相对标准偏差 RSD_i (%)		0.31	1.2	0.20

1 家验证实验室用红外干燥法对水分含量约为 8%、68% 和 85% 的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.2%、0.31% 和 0.20%。

编制组用红外干燥法对水分含量约为 68%、85%、8%、0.4%、2.9% 的 5 种样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 4.6%、4.6%、18%、6.8% 和 9.5%。

3 方法验证结论

3.1 烘箱干燥法验证结论

7 家验证实验室和编制组用烘箱干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（A 水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（I 水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（D 水分含量约：85%）样品进行了 6 次重复测定，最终实验室内相对标准偏差范围分别为 0.08%~2.5%、1.7%~11%、0.15%~0.50%。

3.2 微波干燥法验证结论

2 家验证实验室和编制组用微波干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（水分含量约：85%）样品进行了6次重复测定，最终实验室内相对标准偏差范围分别为0.42%~5.4%、1.8%~16%、0.78%~1.1%。

3.3 红外干燥法验证结论

1 家验证实验室和编制组用红外干燥法对湘乡某工业园污水处理厂工业污泥（水分含量约：68%）、衡阳某环保垃圾焚烧场焚烧废渣（水分含量约：8%）和某污水处理厂生活污水污泥（水分含量约：85%）样品进行了6次重复测定，最终实验室内相对标准偏差范围分别为0.31%~4.6%、1.2%~18%、0.20%~4.6%。

3.4 总体结论

三种方法均表现出较好的精密度，各种方法均有优缺点，烘箱干燥法仪器普遍，价格低廉，适合大多数实验室大批量进行分析测试，缺点为测试所需时间较长。微波干燥法在三种方法中测试样品速度最快，但仪器价格最高，且对于高有机物含量样品不能进行测试。红外干燥法测试时间成本和仪器成本在烘箱干燥法和微波干燥法之间。实验室可根据自身实验条件选择合适的实验方法。该方法满足相关环境保护标准中水分测试的需求。